

107

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**



**PROPUESTA DE UN PROCESO DE CALIBRACIÓN  
PARA TERMÓMETROS USADOS FRECUENTEMENTE  
EN LA INDUSTRIA FARMACÉUTICA**

**T E S I S**  
**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:**  
**QUIMICA FARMACÉUTICA**  
**B I Ó L O G A**  
**P R E S E N T A :**  
**REGINA MIRELES BOENEKER**



**MÉXICO, D.F.**



**EXAMENES PROFESIONALES  
FACULTAD DE QUIMICA**

**2002.**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**Jurado Asignado**

**Presidente**  
**Vocal**  
**Secretario**  
**1er. Suplente**  
**2do. Suplente**

**Prof. María de los Ángeles Olvera Treviño**  
**Prof. Norma Trinidad González Monzón**  
**Prof. María del Socorro Alpizar Ramos**  
**Prof. Ricardo Rodríguez Sáenz**  
**Prof. Liliana Aguilar Contreras**

**Sitio donde se desarrollo el tema:**

**Anexo del Laboratorio A004 del laboratorio, de Física, Edificio A de la Facultad de Química, UNAM.**

**Asesor del tema:**



**M en C. María de los Ángeles Olvera Treviño**

**Sustentante:**



**Regina Mireles Boeneker**

## **AGRADECIMIENTOS**

**A DIOS Y A LA VIRGEN DE GUADALUPE  
POR: LA BENDICIÓN QUE ME DIERON AL  
DARME VIDA Y AL DARME LA FAMILIA  
QUE TENGO.**

**A MI MADRE POR: SER TU SPATZILEIN,  
POR AMARME, POR TU APOYO,  
COMPENSIÓN, EDUCACIÓN, REGAÑOS,  
CUIDADOS Y TU TERNURA,  
QUE ME HAS DADO SIEMPRE.**

**A MI PADRE POR: AMARME, POR LA  
EDUCACIÓN Y CUIDADOS QUE ME  
HAS DADO DURANTE TODA LA VIDA.**

**A MIS PADRES POR: ESTAR AHÍ  
CUANDO MÁS LOS NECESITABA.**

**A MI HERMANA MARTHA POR: TU  
CONFIANZA, POR TODA ESA LATA  
QUE TE DI CUANDO ERA PEQUEÑA Y  
QUE TE HE DADO AHORA DE GRANDE,  
GRACIAS POR SER MI HERMANA.**

**A MI HERMANA YVONNE POR:  
CUIDARME DESDE EL CIELO,  
POR SER EL ANGELOTE DE TODA  
ESTA HERMOSA FAMILIA.**

**A MI HERMANO ALEX POR:  
SER MI COMPAÑERO DE JUEGOS  
DE LA INFANCIA.**

**A MIS SOBRINOS:  
SEBASTIÁN Y DANIELA,  
POR: DAR ESA ALEGRÍA  
A LA CASA Y A MI VIDA.**

**A MÍ BEBE POR: SER ESA BENDICIÓN  
QUE DIOS ME MANDÓ, Y POR DAR  
FELICIDAD A MI VIDA.**

**A MI FAMILIA POR: QUERERME  
TAL Y COMO SOY.**

**A MARCELA (CHIP) POR: SER MI MEJOR  
AMIGA, POR LA CONFIANZA QUE NOS  
BRINDAMOS, POR SER TAL Y COMO ERES,  
POR ESTAR AHÍ JUNTO A MÍ EN LAS BUENAS  
Y EN LAS MALAS.**

**A ADOLFO, HUMBERTO, SILVIA,  
LUCÍA, TINA, GINI Y PILAR, POR:  
SU ENSEÑANZA DURANTE TODA LA  
CARRERA Y POR ESA AMISTAD  
TAN BONITA QUE ME BRINDARON.**

**A FRANCISCO ROJO POR: SU AYUDA  
EN MI TESIS Y POR ESA AMISTAD.**

**A JUAN ALBERTO Y ERIKA POR:  
SER MIS AMIGOS DURANTE  
Y DESPUÉS DE LA CARRERA.**

**A GABRIEL, POR: SU AMISTAD, AMOR  
Y CARÍÑO, POR ESTAR CONMIGO EN  
LAS BUENAS Y EN LAS MALAS.**

**A TODOS MIS MAESTROS DE LA  
CARRERA POR: DARME LAS ARMAS  
PARA TRIUNFAR EN LA VIDA.**

**A IVONNE, ANA FABIOLA, TERE Y NORMA,  
POR: SER MIS AMIGAS DESDE LA INFANCIA  
Y ESTAR CONMIGO EN LAS BUENAS Y EN LAS  
MALAS.**

## Índice

<b>Capítulo</b>	<b>Página</b>
I. Objetivos	3
II. Introducción	5
II.1 Bosquejo Histórico	5
II.2 Metrología en el Sistema de Calidad	8
II.3 Ley Federal de Metrología y Normalización	14
II.4 Requerimientos generales para laboratorios de calibración.	22
II.5 Termómetros utilizados en la industria farmacéutica	40
II.6 Escala Internacional de Temperatura 1990 (ITS-90)	64
II.7 Caracterización de instrumentos y equipo	66
II.8 Definiciones	68
III. Desarrollo Experimental	76
IV. Resultados	111
V. Análisis de Resultados	127
VI. Conclusiones	131
VII. Bibliografía	135

## **I.- Objetivos**

### **Objetivo General**

- \* Implementar un sistema de calibración para instrumentos de medición de temperatura, usando el método de comparación con un termómetro Patrón y una fuente de temperatura controlada y validada.

### Objetivos Particulares

- \* Hacer un revisión bibliográfica y de campo sobre los diferentes instrumentos para medir temperaturas, usados en la industria farmacéutica.
- \* Contribuir en el proceso de elevar la calidad en las mediciones de temperatura en los laboratorios de la Facultad de Química
- \* Optimizar el procedimiento de calibración, por el método de comparación, para la calibración de termómetros de líquido en vidrio.
- \* Desarrollar un método de validación de una fuente de temperatura controlada
- \* Aplicar las recomendación 17025 .-General Requierements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories emitida por la ISO en la implementación de un sistema de calidad en la calibración de termómetros de líquido en vidrio.

## **II.- Introducción**

### **II.1 Bosquejo Histórico**

El proceso de medir es antiguo, su origen se pierde en la prehistoria. Podríamos decir que se inicia desde que el hombre tiene la necesidad de medir el tiempo que dura el día y la noche o cuando se vuelve sedentario y requiere saber el tiempo que tiene que esperar para recoger su cosecha. Algunos autores mencionan que el uso de unidades e instrumentos vienen desde hace 6000 ó 7000 años. <sup>(1)</sup>. Estos acontecimientos son la base para el nacimiento de la Metrología, la ciencia de las mediciones, pero después de muchos años es reconocida así. Al revisar la literatura relacionada con el proceso de medir, nos encontramos con que éste ha evolucionado. Las maneras de medir y las unidades de medida, no siempre han sido las mismas. Los sistemas de medida también han cambiado, los científicos y técnicos de diferentes nacionalidades se reúnen de forma periódica para ratificar acuerdos y cambiar o establecer algunos nuevos. Estos acuerdos dan lugar a la elaboración de normas o recomendaciones que indiquen la mejor forma de medir, el adecuado uso del instrumento, selección de instrumentos apropiados, la forma de informar datos experimentales y todo aquello relacionado con mediciones.

El uso de unidades e instrumentos vienen desde hace 6000 ó 7000 años. <sup>(1)</sup>

La experiencia humana es muy variada; constantemente vemos, oímos, olemos, probamos y tocamos objetos y productos, es decir, hay un constante flujo de sensaciones. El trabajo de la metrología es describir en forma ordenada esta experiencia, un trabajo que la curiosidad del hombre ha conducido por muchos siglos y que presumiblemente nunca terminará. El metrólogo ha seleccionado como campo de estudio una porción especial de la gran variedad de experiencias humanas; de la totalidad ha abstraído ciertos aspectos que le parecen susceptibles de describir con exactitud.<sup>(1)</sup>

El mundo que está poblado por las creaciones y trabajos de la imaginación e ingenio del metrólogo el cual es: medir y observar fenómenos y así él se encarga de informar esos resultados con ¿Cómo, Dónde y Por qué? las unidades, sistemas de unidades, trazabilidad, patrones normas, métodos, sistemas de certificación, especificaciones , etc. <sup>(1)</sup>

La metrología es una ciencia que se ayuda de las matemáticas, física, la química, y de una parte de la experiencia humana por medio del lenguaje y la escritura. Aparte de la gran cantidad de escritura que se requeriría para exponer los resultados, parecería innecesaria y difícil la descripción de la medición, y así es el tipo más importante de experimento metrológico. Ante tal situación, los experimentos metrológicos simplemente son descritos en términos de números y unidades, los cuales también son representados por símbolos cuya manipulación han simplificado los matemáticos. <sup>(1)</sup>

El desarrollo de la metrología se ha marcado gracias al continuo desarrollo de los experimentos con la teoría y la verificación de ésta con la experimentación.<sup>(1)</sup>

Es esencial comprender que los principios fundamentales de cualquier teoría física o metrológica sólo son postulados o hipótesis acerca de hechos observados, y para que sea exitosa la metrología necesita ser capaz de predecir las leyes que actualmente pueden comprobarse; es mejor aún cuando predice algo que nadie ha observado aún y cuando su predicción es verificada.<sup>(1)</sup>

Una de las variables que al medirla proporciona información importante y necesaria en los fenómenos químicos es la temperatura. La cual es una propiedad del sistema y que puede ponerse de manifiesto de la siguiente manera:

Si dos cuerpos a diferentes temperaturas están en contacto térmico, el que está a mayor temperatura cederá parte de su energía interna, el de menor temperatura ganará dicha energía cedida. Esta energía transferida durante el proceso es llamada calor. Quedando diferenciada la temperatura como una propiedad del sistema y el calor como energía en tránsito.

Existen 6 escalas de temperatura:

- La escala termodinámica Kelvin
- La escala de Celsius
- La escala de Fahrenheit
- La escala de Réaumur
- La escala de Rankine

La escala que el Sistema Internacional de Unidades acepta es la escala termodinámica, Kelvin, pero la mas usada es la Celsius.

Existen una gran variedad de instrumentos para medir temperatura y pueden dividirse en los siguientes grupos:

- Termopares
- Termómetros de líquido en vidrio
- Termistores
- Digitales
- Bimetálicos
- Resistencia de platino
- Ópticos

## **II.2 Metrología en el Sistema de Calidad**

La relación de la metrología con los sistemas de calidad puede verse desde dos puntos de vista: La metrología como parte del sistema de calidad en empresas cuyos procesos de medición son indispensables para lograr la calidad total de sus productos o procesos y el sistema de calidad implementado en un laboratorio de calibración o en el proceso mismo de medición.

El sistema de calidad de la Metrología enfocado al Control de Calidad nos dice que el control en las mediciones da como resultado la calidad en los análisis de los productos, materia prima, en instalaciones industriales, como mejorar las mediciones y así tener garantía en la calidad durante la producción. Implementar

un sistema de calidad en las mediciones y lograr trazabilidad nos garantiza elevar la calidad en la mediciones no solo de la empresa sino del país.

La Metrología esta mencionada en la norma ISO 9001 2000, en la sección 4 capitulo 8 el punto 7.6 es donde se habla del Control de los dispositivos de seguimiento y de medición.

Donde se podría explicar que: La organización debe determinar el seguimiento y la medición a realizar, y los dispositivos de medición y seguimientos necesarios para proporcionar la evidencia de la conformidad del producto con los requisitos determinados.

La organización debe establecer procesos para asegurarse de que el seguimiento y medición pueden realizarse y se realizan de una manera coherente con los requisitos de seguimiento y medición.

Cuando sea necesario asegurarse de la validez de los resultados, el equipo de medición debe:

- a) **Calibrarse o verificarse a intervalos especificados o antes de su utilización, comparado con patrones de medición trazables a patrones de medición nacionales ó internacionales; cuando no existan tales patrones debe registrarse la base utilizada para la calibración o verificación;**
  
- b) **Ajustarse o reajustarse según sea necesario;**
  
- c) **Identificarse para poder determinar el estado de calibración;**
  
- d) **Protegerse contra ajustes que pudieran invalidar el resultado de la medición;**
  
- e) **Protegerse contra los daños y el deterioro durante la manipulación, el mantenimiento o el almacenamiento.<sup>( 2).</sup>**

**Además, la organización debe evaluar y registrar la validez de los resultados de las mediciones anteriores cuando se detecte que el equipo no está**

conforme con los requisitos. La organización debe tomar las acciones apropiadas sobre el equipo y sobre cualquier producto afectado. Deben de mantenerse registros de la calibración y la verificación.

Todos los requisitos para el aseguramiento de la calidad, están mencionados en la NMX-CC-017/1:1995 o ISO 10012.1:1992.

La cual habla de una relación entre un comprador y un proveedor, donde ambos términos se interpretan en el más amplio sentido. El proveedor puede ser un fabricante, un instalador, o una organización de servicio responsable de suministrar un producto o un servicio.<sup>(3)</sup>

#### Requisitos para equipo de medición.

El Equipo de medición debe de tener las características metrológicas requeridas para el uso propuesto (por ejemplo: exactitud, estabilidad, amplitud de medición especificada y resolución). Toda la documentación deben ser mantenidos para considerar cualquier corrección, condiciones de uso (incluyendo condiciones ambientales), etc, necesarias para lograr el desempeño requerido.

Al realizar mediciones y al declarar y usar resultados, el proveedor debe tomar en cuenta todas las incertidumbres significativas identificadas en el proceso de medición (incluyendo los patrones) y aquellas debidas al personal y al

ambiente.<sup>(3)</sup> Se recomienda utilizar técnicas estadísticas para vigilar y controlar continuamente la incertidumbre de las mediciones. El efecto acumulativo de las incertidumbres en cada paso sucesivo de una cadena de confirmaciones debe ser tomado en cuenta para cada patrón y elemento del equipo que es confirmado. Deben tomarse acciones cuando la totalidad de las incertidumbres es tal que comprende la habilidad para hacer mediciones dentro del máximo error tolerado. Los detalles de los componentes significativos del total de las incertidumbres deben registrarse. <sup>(3)</sup>

Todos los resultados de las calibraciones deben registrarse con suficiente detalle de tal manera que la trazabilidad de todas las mediciones pueda demostrarse, de modo tal que cualquier medición pueda reproducirse bajo condiciones similares a las originales, facilitando por lo tanto, la resolución de cualquier anomalía. <sup>(3)</sup>

La información debe incluir:

- a) La descripción e información única del equipo;
- b) La fecha de terminación de cada confirmación;
- c) Los resultados de calibración obtenidos después y, cuando sea pertinente, antes de cualquier ajuste o reparación;
- d) El intervalo de confirmación asignado;
- e) La identificación del procedimiento de confirmación;

- f) La definición de los límites del error tolerado;
- g) La fuente de calibración utilizada para obtener trazabilidad;
- h) Las condiciones ambientales pertinentes y una declaración a cerca de cualquier corrección necesaria al respecto;
- i) Una declaración de las incertidumbres involucradas en la calibración del equipo y sus efectos acumulados;
- j) Detalles sobre cualquier servicio de mantenimiento tales como ajustes, reparaciones o modificaciones realizadas;
- k) Cualquier limitación de uso;
- l) La identificación del personal ejecutor de la confirmación;
- m) La identificación del personal responsable del asegurar la veracidad de la información registrada;
- n) La identificación única (como número de serie) de los certificados de calibración y otros documentos pertinentes.

El proveedor debe mantener procedimientos documentados claros sobre la retención (incluyendo la duración) y salvaguarda de los registros. Los registros deben conservarse hasta que ya no exista probabilidad de que pueden ser necesarios como referencias. <sup>(3)</sup>

### **II.3 Ley Federal Sobre Metrología y Normalización**

La vida civilizada implica una serie de reglamentaciones, costumbres, leyes que nos permiten vivir en comunidad, con un comportamiento honesto y de respeto hacia nuestros semejantes, y facilitan el orden, la eficiencia y las interrelaciones, como por ejemplo, la hora oficial, los sistemas monetarios de cada país.

Al conjunto de este tipo de reglamentaciones se le puede llamar, en cierta forma *normalización*.

Básicamente la normalización es comunicación, entre productor, consumidor o usuario, basada en términos técnicos, definiciones, símbolos, métodos de prueba y procedimientos. Es, además, una disciplina que se basa en resultados ciertos, adquiridos por medio de la ciencia, la técnica y la experiencia y es fruto de un balance técnico -económico del momento.

La normalización es la actividad que fija las bases para el presente y el futuro, esto con el propósito de establecer un orden para el beneficio y con el concurso de todos los interesados. En resumen, la normalización es, el proceso de la elaboración y aplicación de normas; son herramientas de organización y dirección.

La Asociación Estadounidense para pruebas de materiales (ASTM), define a la normalización como el proceso de formular y aplicar reglas para una

aproximación ordenada a una actividad específica para el beneficio y con la cooperación de todos los involucrados.

La norma es una referencia respecto a la cual se juzgará un producto o una función. Prácticamente norma es un documento resultado del trabajo de numerosas personas durante mucho tiempo.

La especificación es una exigencia o requisito que debe cumplir un producto, un proceso o un servicio. Una especificación puede ser una norma, pero generalmente es parte de una norma. <sup>(1)</sup>

El gobierno mexicano tiene leyes que se basan en los mercados internacionales, y de éstos, se han adoptado algunas medidas que rigen a los empresarios nacionales, para: infraestructura, tecnología y en las actividades de exportación. Una de estas acciones creadas por el gobierno es la ley de Metrología y Normalización creada el 1° de julio de 1992. (Que abroga la publicada en el Diario de la Federación del 26 de enero de 1988). Y reformada, adicionan y derogan diversas disposiciones de la Ley Federal de Procedimiento Administrativo; de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización (LFMyN); de la Ley Minera; de la Ley de Inversión Extranjera; de la Ley Federal de Sociedades Mercantiles y del Código Civil para el Distrito Federal en materia común, y para toda la República en materia federal, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 24 de diciembre de 1996 y reformada por Decreto por el que se reforman, adicionan y derogan diversas disposiciones de la Ley Federal sobre

**Metrología y Normalización publicado en el Diario Oficial de la Federación el 20 de Mayo de 1997.<sup>(5 y 6)</sup>**

**La presente ley se divide en 2: la parte Metrológica y la parte de Normalización, pero para el presente trabajo solo se revisará la sección referida a la metrología.<sup>(6)</sup>**

**La ley plantea diferentes objetivos los cuales son en materia de Metrología:<sup>(6)</sup>**

- **Establecer el sistema General de Unidades de Medida;**
- **Precisar los conceptos fundamentales sobre metrología,**
- **Establecer los requisitos para la fabricación, importación, reparación, venta, verificación y usos de los instrumentos para medir y los patrones de medida;**
- **Establecer la obligatoriedad de la medición en transacciones comerciales y de indicar el contenido neto en los productos envasados;**
- **Instituir el Sistema Nacional de Calibración;**
- **Crear el centro nacional de Metrología, como organismo de alto nivel técnico en la materia; y**
- **Regular en lo general, las demás materias relativas a la metrología.**

**Las disposiciones generales en el área de metrología se encuentran en el título segundo, el cual contiene varios capítulos y cada uno de ellos consta de varios artículos.<sup>(6)</sup>**

- Establecer las políticas para Acreditar laboratorios de calibración, entendiéndose acreditar como el acto por el cual una entidad de acreditación reconoce la competencia técnica y confiabilidad de:
  - Organismos de Certificación
  - Laboratorios de Prueba
  - Laboratorios de Calibración
  - Unidades de Verificación para la evaluación de conformidad

El capítulo "único" comprende del artículo 1° al 4° y en resumen hablan de que la Ley se regirá en toda la República, también habla lo que la ley tiene por objeto en Materia de Metrología y de Normalización, acreditación.

El capítulo 1 comprende del artículo 5° al 9°, y en resumen estos hablan de: El Sistema General de Unidades de Medida, (SGUM), las cuales integran desde las internacionales, las derivadas, así como las no comprendidas en el sistema internacional, también menciona las unidades de medida de otros sistemas que podrán ser autorizados por la Secretaría, por estar relacionados con países extranjeros que no hayan adoptado el mismo sistema, también habla que la simbología del Sistema de Unidades se encontrarán en las respectivas Normas Mexicanas; también habla que todas las escuelas en sus programas de enseñanza deben incluir SGUM. Así como los prototipos nacionales que la

Secretaría tiene a su cargo, como los son: metro, kilogramo, asignados por la Oficina Internacional de Pesas y Medidas de los Estados Unidos Mexicanos.

El capítulo 2, comprende del artículo 10° al 14°, los cuales hablan de los Instrumentos para Medir. Y dice que éstos últimos y patrones que se fabriquen en el territorio Nacional o se importen y que se encuentren sujetos a norma oficial mexicana, requieren previa su comercialización, la aprobación por parte de la Secretaría, así esto indica las obligaciones de los fabricantes y usuarios de dichos instrumentos.

El capítulo 3, comprende de los artículos 15° al 23°, los cuales hablan de la Medición Obligatoria de las Transacciones. Las cuales indican las obligaciones, sanciones, y otras disposiciones relacionadas con el uso adecuado de los instrumentos de medición en las transacciones comerciales que así lo requieran.

El capítulo 4, comprende los artículos 24° al 27°, los cuales hablan del Sistema Nacional de Calibración, que tiene como objeto procurar la uniformidad y confiabilidad de las mediciones que se realizan en el país, tanto en lo concerniente a las transacciones comerciales y de servicios, como en los procesos industriales, trabajos de investigación científica y de desarrollo tecnológico. También se establece que la Secretaría será la responsable del Sistema Nacional de Calibración y con ello está capacitada para realizar las siguientes acciones:

- \* Participar en la evaluación para la acreditación de los laboratorios que den servicio de medición y calibración;
- \* Establecer con los laboratorios acreditados cadenas de calibración, de acuerdo en los niveles de exactitud que se les haya asignado;
- \* Difundir la capacidad de medición de los laboratorios acreditados y de las cadenas de calibración;
- \* Autorizar los métodos y procedimientos de medición y calibración estableciendo un banco de información para difundirlos en los medios oficiales, científicos, técnicos e industriales;
- \* Establecer convenios con las instituciones extranjeras e internacionales;
- \* Establecer mecanismos de evaluación periódica de los laboratorios de calibración que formen parte del sistema.

En el título cuarto, que se refiere a la acreditación y determinación del cumplimiento, menciona en el capítulo I que la acreditación de laboratorios de calibración será realizada por la entidades de acreditación. Esta últimas requieren de la autorización de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, en la actualidad corresponde a la Secretaría de Economía.

La Entidad Mexicana de Acreditamiento ha sido autorizada para llevar a cabo los procesos de acreditación de laboratorios de calibración, de prueba y unidades de verificación . ema ha tomado ya las responsabilidades del SINALP y del

Sistema Nacional de Calibración, incluyendo la acreditación de laboratorios de calibración en organizaciones de registro de sistemas de calidad en laboratorios de certificación de productos y otros. De acuerdo a los oficiales de la ema de tener un grupo centralizado de acreditación ofrece al usuario resultados confiables que pueden ser utilizados por agencias ambientales para recomendar el equipo adecuado a las compañías manufactureras para reducir o eliminar los problemas de contaminación generados por sus procesos actuales. (6 y 12)

A partir de la publicación del reglamento de la Ley Federal de Metrología y Normalización la Dirección General de Normas (DGN) de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial (SECOFI), ha dejado de realizar las actividades de acreditación. Esto se llevo a cabo para coadyuvar a fortalecer el Sistema Nacional de Acreditación y a desarrollar un Sistema de Evaluación de la Conformidad confiable. El ser acreditado por ema, en que una entidad privada, de tercera parte, imparcial e independiente, apoyada por los expertos en la materia avala la competencia técnica y la confiabilidad de los laboratorios de calibración y de pruebas, organismos de certificación y unidades de verificación para realizar la evaluación de la conformidad, estos organismos son los que determinan el grado de cumplimiento o conformidad con las normas que se aplican y son señaladas, para un producto, para una cadena de producción de un producto, para una persona o un sistema.. Así, con todo esto podemos avalar la calidad del producto. La ema a su vez a sido evaluada con las normas nacionales y la normativa

internacional. Y con todo esto la ema busca proteger al consumidor e internarnos al mercado globalizado.

El capítulo 5; Comprende del artículo 29 al 37, los cuales hablan del Centro Nacional de Metrología (CENAM), y de las funciones que este realiza:

- \* El Centro Nacional de Metrología es un Organismo descentralizado con personalidad jurídica y patrimonio propio, con objeto de llevar a cabo funciones de alto nivel técnico en materia de metrología.<sup>(6)</sup>
- \* Es el laboratorio Primario del Sistema Nacional de Metrología;<sup>(6)</sup>
- \* Conserva los patrones nacionales correspondiente a cada magnitud, salvo que su conservación sea conveniente en alguna otra institución;<sup>(6)</sup>
- \* Proporciona servicio de calibración a los patrones de los laboratorios de medición;<sup>(6)</sup>
- \* Participa en la investigación, desarrollo y difusión de la metrología;<sup>(6)</sup>
- \* Ofrece asesorías en relación con los problemas de medición;<sup>(6)</sup>
- \* Participa en el intercambio de desarrollo metrológico con organismos nacionales e internacionales;<sup>(6)</sup>
- \* Realiza peritajes a los laboratorios acreditados para la calibración;<sup>(6)</sup>

También se establece la estructura organizacional del CENAM e indica las fuentes de financiamiento de las que podrá disponer este organismo.<sup>(6)</sup>

Y así para poder tener un proceso de acreditamiento tenemos el reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, el cual en el Título segundo, capítulo V del Centro Nacional de Metrología Artículo 25, para efecto del artículo 30, fracción V de la Ley , el centro Nacional de Metrología certificará como materiales patrón de referencia, aquellos que representen en forma uniforme y constante los valores de magnitudes físicas y físico - químicas, para lo cual deberá evaluar los procesos, productos, servicios e instalaciones mediante inspección ocular, muestreo, pruebas, investigación de campo o revisión y evaluación de los programas de calidad.

El Centro nacional de Metrología informará a la Secretaría del avance de los proyectos que esté desarrollando. Asimismo, el Centro Nacional de Metrología solicitará autorización a la Secretaría para efectuar cambios en los patrones ya autorizados.<sup>(12)</sup>

## **II.4 Requerimientos generales para laboratorios de calibración.**

### **II.4.1 Sistema de calidad**

Todo laboratorio debe establecer, implementar y mantener un sistema de calidad apropiado al alcance de sus actividades. Todo laboratorio también deberá documentar sus políticas, sistemas programas, procedimientos e instrucciones hasta la extensión necesaria para asegurar la calidad de la prueba y/o resultados de calibración.<sup>(7)</sup>

Las políticas y objetivos del sistema de calidad del laboratorio deberán ser definidos en un manual de calidad (cualquiera como sea nombrado). Todos los objetivos deberán ser documentados en un informe de política de calidad, y este informe debe de ser publicado bajo la autoridad del director, y deberá de incluir, al menos, lo siguiente <sup>(7)</sup>:

- a) El compromiso del manejo del laboratorio a una buena práctica profesional y calidad de sus pruebas y calibración en servir a sus clientes;
- b) Informe de la dirección del estándar de servicio del laboratorio;
- c) El propósito del sistema de calidad;
- d) Un requerimiento es que todo el personal involucrado con las actividades de prueba y calibración dentro del laboratorio se familiarice con la documentación de calidad e implemente las políticas y procedimientos en su trabajo; y
- e) El compromiso de la dirección del laboratorio de estar de acuerdo con éste Estándar Internacional.

NOTA. El informe de política de calidad deberá ser conciso y debe incluir el requerimiento de que las pruebas y/o calibraciones deberán ser llevadas siempre de acuerdo con los métodos establecidos y métodos establecidos y requerimientos de los clientes. <sup>(7)</sup>

El manual de calidad deberá incluir o hacer referencia a los procedimientos de apoyo, incluyendo, a los procedimientos técnicos, Deberá de tener un compendio de la documentación utilizada en el sistema de calidad. <sup>(7)</sup>

Los papeles y responsabilidades de la dirección técnica y del director de calidad, incluyendo la responsabilidad para asegurar conformidad con este Estándar Internacional deberá ser definido en le manual de calidad. <sup>(7)</sup>

#### **II.4.2 Facilidades y Condiciones Ambientales. <sup>(7)</sup>**

En un laboratorio de prueba y/o calibración, la electricidad y condiciones ambientales deberán ser tales para facilitar el desempeño correcto. Todo laboratorio deberá tomar en cuenta las condiciones ambientales para que no afecten los resultados o la calidad requerida para cada medición, también se deberá tener un cuidado especial, cuando las muestras, pruebas o calibraciones sean realizadas en otro lado que no sea el laboratorio permanente.

El laboratorio deberá monitorear, controlar y registrar las condiciones ambientales, como es indicado por especificaciones, métodos o procedimientos, o donde estas condiciones tengan influencia en la calidad de los resultados. Las pruebas y calibraciones deberán parar cuando las condiciones ambientales pongan en peligro los resultados de las pruebas o calibraciones.

También es importante tener una separación entre áreas vecinas en donde se realicen actividades incompatibles, ya que esto evitaría la contaminación cruzada. El acceso y uso de áreas que afectan la calidad de las pruebas y/o calibraciones deberán ser controladas.

#### **II.4.3 Métodos de prueba, calibración y métodos de validación. <sup>(7)</sup>**

El laboratorio deberá utilizar métodos y procedimientos adecuados para todas las pruebas y/o calibraciones dentro de su alcance. Estos incluyen muestreo, manejo, transporte, almacenamiento y preparación de artículos a ser probados y/o calibrados, donde sea apropiado, una estimación de la incertidumbre de medición así como las técnicas estadísticas para análisis de datos de las pruebas y/o calibración. El laboratorio deberá tener instrucciones en el uso de operación de todo el equipo, sobre el manejo y preparación de artículos para prueba y/o calibración, o ambos, donde la ausencia de tales instrucciones pueden poner en peligro los resultados de las pruebas y/o calibraciones. Todas las instrucciones, estándares, manuales y datos de referencia relevantes al trabajo del laboratorio deberán mantenerse actualizados y tenerlos disponibles para el personal. Una desviación en los métodos de prueba y calibración deberá ocurrir sólo si la desviación ha sido documentada, técnicamente justificada, autorizada y aceptada por el cliente.

Estándares internacionales, regionales o nacionales u otras especificaciones reconocidas que contengan información suficiente y concisa sobre como llevar a cabo las pruebas y/o calibraciones no deben ser completados o reescritos como procedimientos internos, si estos estándares son escritos en una forma que puedan ser publicados por el staff operativo del laboratorio.

El laboratorio deberá utilizar métodos de prueba y/o calibración, incluyendo métodos para muestreo los cuales, coincidan con las necesidades del cliente y que sean apropiados para las pruebas y/o calibraciones tomando en cuenta preferente aquellos publicados como estándares internacionales, regionales o nacionales. El laboratorio deberá asegurar que utiliza la edición válida de un estándar a menos que, no sea posible o apropiado hacerlo. Cuando sea necesario, el estándar deberá ser completado con detalles adicionales para asegurar una aplicación consistente. Cuando el cliente no especifica el método a utilizar, el laboratorio deberá seleccionar los métodos apropiados que hayan sido publicados en estándares internacionales, regionales, nacionales, o por organizaciones técnicas respetadas, periódicos o textos científicos relevantes o como se especifique por el fabricante del equipo. Los métodos desarrollados por el laboratorio o los métodos adoptados por el laboratorio también pueden ser utilizados si son apropiados para el uso que se pretende, si son validados. El cliente deberá ser informado del método elegido. También el laboratorio deberá informar al cliente cuando el método propuesto por el cliente sea considerado como inapropiado o atrasado.

#### **II.4.4 Métodos desarrollados en el laboratorio. <sup>(7)</sup>**

La introducción de métodos de prueba y calibración desarrollados por el laboratorio para su propio uso deberá ser una actividad planeada y ser asignada a personal calificado equipado con recursos adecuados. Los planes deberán ser

actualizados a medida que proceda el desarrollo y deberá asegurar una comunicación efectiva entre el personal involucrado.

#### **II.4.5 Métodos no- estándar. <sup>(7)</sup>**

Cuando es necesario emplear métodos no cubiertos por métodos estándar, estos deberán ser sujetos a aprobación con el cliente y deberán incluir una clara especificación de los requerimientos del cliente y el propósito de la prueba y/o calibración. El método desarrollado deberá ser validado apropiadamente antes de usarse.

Nota. Para nuevos métodos de prueba y/o calibración deberán desarrollarse procedimientos antes de que las pruebas y/o calibraciones sean llevadas a cabo y deberán contener, al menos, la siguiente información:

- a) Identificación apropiada;
- b) alcance;
- c) descripción del tipo de artículo a ser probado y/o calibrado;
- d) parámetros o cantidades y rangos a ser determinados;
- e) aparatos y equipo, incluyendo requerimientos de desempeño técnicos;
- f) estándares y materiales de referencia requeridos;
- g) condiciones ambientales requeridas y cualquier período de estabilización que se necesite;
- h) descripción del procedimiento incluyendo:

- añadiduras de marcas de identificación, manejo, transporte, almacenamiento y preparación de artículos.
- los chequeos que se deban hacer antes de empezar el trabajo.
- checar que el equipo trabaje apropiadamente y cuando sea requerido.
- calibración y ajuste del equipo antes de cada uso.
- método de registrar las observaciones y resultados.
- y cualquiera de las medidas de seguridad a ser observadas.

i) criterios y/o requerimientos para aprobación o rechazo;

j) datos a ser registrados, métodos de análisis y presentación;

k) incertidumbre o procedimiento para estimar la incertidumbre.

#### **II.4.6 Validación de Métodos. <sup>(7)</sup>**

La validación es la confirmación con evidencia objetiva de los requerimientos específicos para que su uso sea completado.

El laboratorio deberá validar métodos no- estándar, métodos diseñados o desarrollados por el laboratorio, métodos estándar utilizados fuera del alcance pretendido, y ampliaciones o modificaciones de métodos estándar para confirmar que los métodos concuerden con el uso que se pretende. La validación deberá ser tan extensa como sea necesario para coincidir con las necesidades en la aplicación dada o campo de aplicación. El laboratorio deberá registrar los

resultados obtenidos, el procedimiento utilizado para la validación y una declaración de que el método es adecuado para el uso que se pretende.

**Nota 1.** La validación puede incluir procedimientos para muestreo, manejo y transporte.

**Nota 2.** Las técnicas utilizadas para la determinación del desempeño de un método deberá ser uno o una combinación de lo siguiente;

- calibración utilizando estándares o materiales de referencia,
- comparación de los resultados logrados con otros métodos,
- comparaciones inter-laboratorio,
- estimación sistemática de los factores que influyen el resultado,
- estimación de la incertidumbre de los resultados basado en el entendimiento científico de los principios teóricos del método y experiencia práctica.

**Nota 3.** Cuando algunos cambios son hechos en los métodos de validación no-estándar, la influencia de tales cambios llevados acabo deben ser documentados y si es apropiado, una nueva validación deberá realizarse.

El intervalo y exactitud de los valores obtenidos de métodos de validación (ejemplo: la incertidumbre de los resultados, limite de detección, selectividad del método, linealización, limite de repetibilidad y/o reproducibilidad, robustez contra influencias externas y/o sensibilidad cruzada contra la interferencia de la matriz de

la muestra / objeto de prueba) como estimado para su uso deberá ser relevante a las necesidades del cliente.

**Nota 1.** La validación incluye la especificación de los requerimientos, la determinación de las características de los métodos, un chequeo de que los requerimientos pueden ser cumplidos usando el método y una declaración sobre la validez.

**Nota 2.** A medida que procede el desarrollo del método, una revisión regular debe ser llevada a cabo para verificar que las necesidades del cliente todavía se están cumpliendo. Los requerimientos que necesiten modificaciones para el plan de desarrollo, deben ser aprobados y autorizados.

**Nota 3.** La validación siempre es un balance entre costos, riesgos y posibilidades técnicas. Hay muchos casos en donde el rango y la incertidumbre de los valores (ejemplo; exactitud, límite de detección, selectividad, linealización, repetibilidad, reproducibilidad, robustez y sesibilidad cruzada) sólo pueden ser dados en una manera simplificada debido a la falta de información.

## **II.4.7 Incertidumbre**

### **II.4.7.1 Expresión de la Incertidumbre. <sup>(4)</sup>**

El comité internacional de Pesas y medidas (CIPM), la más alta autoridad mundial en metrología, reconoció en 1978 la falta de consenso internacional sobre la forma de expresar la incertidumbre de medida. El comité

pidió al Bureau Internacional de Pesas y medidas (BIPM), la Comisión Electrotécnica Internacional (CEI), la Organización Internacional de Metrología Legal (OIML) y a la Organización Internacional de Normalización (ISO) que tratara el problema junto con todos los laboratorios de metrología nacionales y emitiera una recomendación. Un año después 21 laboratorios de metrología de 32 respondieron al BIPM reconociendo la importancia de llegar a contar con un procedimiento aceptado internacionalmente para expresar la incertidumbre global. Y así tras un trabajo arduo se preparó la Recomendación INC-1 1980 "Expresión de las incertidumbres experimentales", el CIPM aprobó la recomendación en 1981 y la reconfirmó en 1986.

Los objetivos de esta Guía son:

- \* proporcionar una información completa sobre la forma de abordar la expresión de la incertidumbre; y
- \* proporcionar una base para la comparación internacional de los resultados de medida.

Esta Guía puede ser aplicada para:

- \* mantener el control y el aseguramiento de la calidad en la producción;
- \* cumplir y mejorar leyes y reglamentos;
- \* dirigir la investigación básica y aplicada en la ciencia y en la ingeniería;
- \* calibrar patrones e instrumentos y realizar ensayos en el marco de los sistemas nacionales de medida, para obtener trazabilidad a patrones nacionales;

- \* desarrollar, mantener y comparar patrones físicos de referencia nacionales e internacionales incluyendo los materiales de referencia.

A la hora de expresar el resultado de medición de una magnitud física, es obligado a dar alguna indicación cuantitativa de la calidad del resultado, ya que sin dicha indicación las mediciones no pueden compararse entre sí, ni con otros valores de referencia dados en especificaciones o normas, por ello fue necesario establecer un procedimiento fácilmente comprensible y aceptado universalmente para caracterizar a calidad del resultado de una medición; esto es para evaluar y expresar la incertidumbre.

El concepto de incertidumbre como atributo cuantificable es relativamente nuevo en la medición, a pesar que los conceptos error y análisis de errores han formado parte desde hace mucho tiempo de la práctica de la medida y la metrología. Y aunque actualmente este bien reconocido y hayan considerado todas los componentes conocidos del error y se hayan aplicado todas 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.

El método ideal para evaluar y expresar la incertidumbre del resultado de una medición debe ser:

- universal: el método debe ser aplicable a todo tipo de medición y a todo tipo de datos de entrada.

#### II.4.7.2 Recomendación INC-1 (1980).<sup>(4)</sup>

Expresión de las incertidumbres experimentales:

1. La incertidumbre de un resultado de medida consta de varios componentes, los cuales se pueden agrupar en dos categorías, según la forma en que se estime su valor numérico:
  - A) Aquellas que se evalúan por métodos estadísticos,
  - B) Aquellas que se evalúan por otros métodos.
2. Los componentes de la categoría A, se caracterizan por medio de varianzas estimadas  $s_1^2$ , y el número de grados de libertad  $\nu_1$ .
3. Los componentes de la categoría B, deben de caracterizarse por medio de varianzas estimadas  $u_j^2$ , las cuales pueden considerarse como aproximaciones a varianzas cuya existencia se presupone. Las cantidades  $u_j^2$  pueden tratarse como varianzas y las  $u_j$  como desviaciones típicas.

#### II.4.7.3 Estimación de incertidumbre de medición. <sup>(7)</sup>

Un laboratorio de medición, calibración, o laboratorio de prueba llevando a cabo sus propias calibraciones, deberán tener y aplicar un procedimiento para estimar la incertidumbre de medición para todas las calibraciones. Los laboratorios de prueba deberán tener y aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre de calibración. En algunos casos, la naturaleza del método de prueba puede excluir cálculos de incertidumbre de validación rigurosos, metrología y estadísticamente válidos. En estos casos, el laboratorio deberá al menos tratar de identificar todos los componentes de incertidumbre y hacer una estimación razonable y asegurarse que la forma de reportar el resultado no de una mala impresión de la incertidumbre. Una estimación razonable deberá basarse en el conocimiento del desempeño del método y en el alcance de medición y, deberá de hacer uso como por ejemplo de una experiencia previa y datos de validación. <sup>(7)</sup>

Nota 1. El grado y rigor requerido en una estimación de incertidumbre de medición, depende en factores tales como:

- los requerimientos del método de prueba;
- los requerimientos por el cliente;

Nota 2. Hay algunos casos donde el método de prueba especifica límites y la forma de presentación de resultados, se considera que el laboratorio ha satisfecho la cláusula.

Cuando se estima la incertidumbre de medición, todos los componentes de incertidumbre que son de importancia en una situación dada, deberán ser tomados en cuenta utilizando métodos de análisis apropiados.

Nota 1. Las fuentes que contribuyen a la incertidumbre son: los estándares y materiales de referencia, métodos y equipos utilizados, tomando también en cuenta las condiciones ambientales, las propiedades y la condición del artículo que va a ser probado o calibrado y el operador. <sup>(7)</sup>

#### **II.4.8 Control de los Datos. <sup>(7)</sup>**

Los cálculos y transferencia de los datos deberán ser sujetos a revisiones apropiadas en una manera sistemática.

Cuando las computadoras o equipo automatizados son utilizados se debe de asegurar de que:

- a) El software de la computadora esté documentado con suficiente detalle y una validación adecuada para poderse usar.
- b) Los procedimientos son establecidos e implementados para proteger los datos; tales procedimientos deberán incluir, pero no limitarse a: integridad y confiabilidad de la entrada, recolección, almacenamiento, transmisión y procesamiento de datos.
- c) Las computadoras y el equipo automatizado son mantenidos para asegurar un funcionamiento adecuado y son provistos con las condiciones ambientales y

operativas necesarias para mantener la integridad de datos de prueba y/o calibración.

Nota: Los paquetes de computadoras comerciales utilizados como lo son: los procesadores de palabras, bases de datos y programas estadísticos son considerados suficientemente validados. Sin embargo, las configuraciones / modificaciones realizadas por el laboratorio deben ser validados.

#### **II.4.9 Equipo. <sup>(7)</sup>**

El laboratorio deberá estar equipado con todos los artículos de muestreo, medición y equipo de prueba requerido para el correcto desempeño de las pruebas y/o calibraciones, (incluyendo muestreo, preparación de las muestras, procesamiento y análisis de datos de prueba y/o calibración). En aquellos casos, donde el laboratorio necesite utilizar equipo que no este bajo su control, se debe de asegurar que éste este bajo los requerimientos de Estándar Internacional.

El equipo y el software utilizado deben de ser capaces de lograr o alcanzar la precisión requerida y trabajar bajo especificaciones, para que las calibraciones y/o tengan un efecto significativo sobre los resultados. Y naturalmente antes de que el instrumento y los paquetes de computadoras que sean utilizados deberá ser calibrado o revisado para establecer que cumpla con las especificaciones.

El equipo deberá ser operado por personal autorizado y calificado.

El laboratorio deberá tener un programa y procedimiento establecido para la calibración de su equipo.

#### **II.4.10 Calibración. <sup>(7)</sup>**

Para los laboratorios de calibración, el programa para la calibración del equipo deberá ser designado y operado de tal forma que se asegure que las calibraciones y mediciones hechas por el laboratorio sean rastreadas a las unidades SI de medición y que tengan trazabilidad.

Para lograr la trazabilidad de un laboratorio de calibración establece sus propios estándares e instrumentos de medición para el SI por medio de una cadena irrompible de calibraciones o haciendo comparaciones uniéndolas a estándares primarios relevantes de las unidades SI de medición. La unión al SI se puede lograr por referencia a estándares de medición nacionales. Los estándares de medición nacionales pueden ser estándares primarios los cuales, son realizaciones primarias de las unidades del SI o representaciones acordes de las unidades SI basadas en constantes físicas fundamentales o pueden ser estándares secundarios que son estándares calibrados por otro Instituto de Metrología. Cuando se usan servicios externos, el rastreo de la medición se deberá asegurar que demuestren competencia, capacidad y rastreo de medición. Los certificados de calibración publicados para estos laboratorios deberán contener la incertidumbre de medición.

Nota 1. Los laboratorios de calibración que cumplan los requerimientos de este Estándar Internacional son considerados como competentes. (Un informe de

calibración con un logotipo de un laboratorio de acreditación, es evidencia suficiente del rastreo de los datos de calibración reportados.

**Nota 2.** El rastreo a las unidades del SI de medición se puede lograr o alcanzar por referencia a un estándar primario apropiado o por referencia a una constante natural, el valor del cual, en términos de la unidad del SI relevante, es conocida y recomendada por la Conferencia General de Pesos y Medidas (CGPM) y el comité Internacional para Pesos y Medidas (CIPM).

**Nota 3.** Los laboratorios de calibración que mantienen su propio estándar primario o representación de unidades SI basada en constantes físicas fundamentales pueden declarar rastreo al SI sólo después de que estos estándares hayan sido comparados directa o indirectamente, con otros estándares similares de un instituto nacional de metrología.

**Nota 4.** El término "Identificación metrológica identificada" significa que debe de estar claro desde el certificado o informe de calibración contra las especificaciones que han sido comprobadas.

**Nota 5.** Cuando los términos "estándar internacional" o "estándar nacional" son utilizadas en conexión con rastreo, se entiende que estos cumplen las propiedades de estándares primarios para la realización de unidades SI.

**Nota 6.** El rastreo a estándares nacionales de medición, no necesariamente requiere la utilización del instituto o centro nacional de metrología de la ciudad en donde el laboratorio está localizado (en caso de México el CENAM).

**Nota 7.** Si un laboratorio de calibración desea o necesita obtener rastreo de un instituto nacional de metrología que sea diferente al de su ciudad, este laboratorio deberá seleccionar un Instituto o Centro Nacional de Metrología que participe activamente en las actividades del BIPM ya sea directamente o a través de grupos regionales.

**Nota 8.** La cadena irrompible de calibraciones o comparaciones pueden lograrse en varios pasos llevados a cabo por diferentes laboratorios que puedan demostrar rastreabilidad.

Hay algunas calibraciones que actualmente no pueden, estrictamente ser hechas en unidades SI. En estos casos, la calibración deberá proveer confianza en las mediciones estableciendo un rastreo a estándares de medición apropiados, tales como:

- a) El uso de materiales certificados de referencia provistos por un proveedor competente para dar una caracterización física o química confiable del material;
- b) El uso de métodos específicos y/o estándares de consenso que sean claramente descritos y concuerden con las partes involucradas.

La participación en un programa adecuado de comparaciones interlaboratorio es requerida cuando sea posible.

## **II.5 Termómetros utilizados en la industria farmacéutica**

### **II.5.1 Termómetro de Líquido en vidrio <sup>(B)</sup>**

Transcurrieron muchos siglos antes de que la humanidad comprendiese las cantidades físicas que gobiernan nuestro universo, la descripción adecuada de estas entidades físicas está íntimamente ligada con nuestra capacidad para transformar nuestro entorno y por eso es importante entenderlas completamente. Una de estas cantidades es la temperatura, la cual fue definida con precisión hasta el siglo XIX.

Muchos científicos han trabajado con el fin de desarrollar instrumentos cada vez más sofisticados que midan la temperatura de la manera más exacta posible.

Los primeros trabajos conocidos fueron realizados por Galileo en 1597, el cual construyó un termómetro de aire. Otro de los trabajos fue realizado por Huyghens en el año de 1655, el cual propuso la utilización del punto de ebullición del agua como punto de referencia. Otro científico fue Newton, el cual en 1701 introdujo la primera escala de temperatura, la cual constaba de 12 grados y el cero era el punto de solidificación del agua y 12 grados era la temperatura de un hombre sano. Guillaume Amontan introdujo en 1703 un nuevo tipo de termómetro, éste media la variación de presión del aire en su diseño el aire se bloqueaba por una columna de mercurio, y en lo referente a los termómetros de líquido en vidrio las contribuciones más importantes fueron hechas por Fahrenheit, Réaumur y

Celsius. El primero de ellos, en 1717 construyó un termómetro de mercurio cuya escala fue fijada tomando como 32°F al punto de fusión de hielo y 96°F a la temperatura normal del cuerpo humano, este termómetro se encontraba herméticamente sellado, Fahrenheit introdujo la forma cilíndrica del bulbo del termómetro que hoy en día es todavía conocido por nosotros. Posteriormente Réaumur construyó en 1730 un termómetro cuyo líquido termométrico era el alcohol, este termómetro era calibrado a 0°R al punto de solidificación del agua y 80°R a su punto de ebullición. Más tarde en 1742 Anders Celsius, su trabajo fue de termómetro de mercurio cuya escala también se basó en los puntos de congelación y ebullición del agua, con un intervalo entre los puntos de 100 grados centígrados, la cual en 1948 esta escala fue revisada, denominándose a la nueva versión escala Celsius. A partir de 1889 se han realizado una gran cantidad de diferentes tipos de termómetros de líquido en vidrio y de igual manera se han realizado un gran esfuerzo en tratar de mejorar la precisión y exactitud de este tipo de termómetros. Los últimos avances han sido reportados por Moreau et al en 1957 en su trabajo se muestra el desarrollo de los termómetros de mercurio de capilar de cuarzo, estos termómetros mostraron mejor estabilidad y más exactitud que los termómetros de borosilicatos, pero los de cuarzo no se pudieron comercializar por que se tuvo problemas en el momento de manufacturarlos. Desde Moreau, no ha habido avances en la termometría de líquido en vidrio y han sido reemplazados por otros tipos de termómetros que no dependen en mucho de la habilidad del observador, como lo son los termómetros de platino, termopares,

etc, pero sin embargo los termómetros de líquido en vidrio siguen siendo de gran utilidad en muchas industrias.<sup>(6)</sup>

Los termómetros de líquido en vidrio son los sensores de temperatura de uso más sencillo. Probablemente sea el tipo más común y su uso está muy extendido en la industria. Entre las características que los hacen tan populares se distinguen las siguientes: simplicidad, rigidez, bajo costo, dimensiones pequeñas, amplio intervalo de operación (desde alrededor de  $-200^{\circ}\text{C}$  hasta  $600^{\circ}\text{C}$ , la exactitud en este intervalo puede ir desde  $\pm 2^{\circ}\text{C}$  hasta  $\pm 0.005^{\circ}\text{C}$ ) y facilidad de medición. Estas propiedades los hacen muy convenientes para mediciones multipunto de temperatura, para monitoreo de procesos de plantas y complejos, en una enorme variedad de aplicaciones industriales, tecnológicas y científicas. Adicionalmente son los instrumentos mas adecuados para hacer mediciones en fluidos. (Los líquidos utilizados en las mediciones de temperatura pueden ser: alcohol, tolueno, mercurio gases, entre otros) <sup>(7)</sup>

El principio de operación de los termómetros de líquido en vidrio se basa en la dilatación térmica de un líquido dentro de un capilar de vidrio, es decir, la propiedad termométrica utilizada en estos termómetros es el volumen. La expresión que describe su funcionamiento es la siguiente:

$$V(t_2) = V(t_1) [1 + K(t_2 - t_1)]$$

en donde:

$K$  es el coeficiente de expansión aparente

$V(t_1)$  es el volumen del capilar a una temperatura inicial  $t_1$

$V(t_2)$  es el volumen del capilar a una temperatura  $t_2$

En el caso del mercurio en vidrio,  $K$  es  $0,00016$  o  $1/1250^\circ\text{C}^{-1}$ , de tal manera que el bulbo contiene aproximadamente 6250 veces el volumen equivalente a  $1^\circ\text{C}$ . En caso de que se utilice alcohol o alguna otra sustancia orgánica que tenga el valor más grande de  $K$ , será necesario un bulbo de menor tamaño, ya que a mayor valor de  $K$ , mayor será el cambio del volumen con la temperatura.

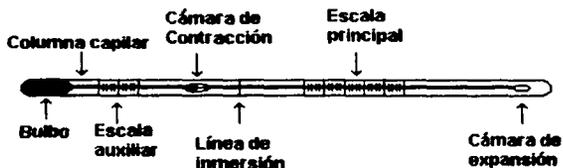


Fig. 1. Termómetro de líquido en vidrio

En esta figura número 1 se muestran las partes principales de un termómetro de líquido en vidrio.

- **Bulbo.**

Es el que contiene la mayor parte del fluido termométrico, generalmente es de forma cilíndrica con la finalidad de obtener buena estabilidad mecánica y disponer de una gran superficie de contacto con el medio cuya temperatura se desea medir. Sus paredes deben ser delgadas para reducir el tiempo de respuesta.

- **Capilar de vidrio.**

Es el que indica los cambios producidos en el volumen del líquido capilar al variar la temperatura, generalmente se le construye de paredes gruesas (para evitar variaciones por efecto de la presión).

- **Escala principal.**

Es la que contiene la graduación que nos permitirá saber tanto la temperatura que estamos midiendo como el intervalo total en el que se debe usar tal termómetro. El espesor recomendado máximo de las líneas es de 0,2, para evitar errores al momento de hacerse las lecturas. En la graduación deben utilizarse múltiplos o submúltiplos de 1,2, o 5 grados.

Frecuentemente la escala principal constituye por sí misma la escala del termómetro. La cual algunos termómetros tienen la escala principal como complemento, que se utiliza cuando no se incluye alguna temperatura de referencia.

- **Cámara de expansión.**

Es una ampliación al final del termómetro cuya función es protegerlo de un sobrecalentamiento que pueda traer como consecuencia una ruptura del instrumento.

- **Cámara de contracción.**

Es una ampliación en el capilar mediante el cual se interrumpe la indicación en una zona determinada, permitiendo la instalación de una escala adicional, también sirve para prevenir la contracción completa del líquido dentro del bulbo. Se encuentra usualmente entre la escala principal y la adicional, (en caso de que ésta última exista).

### **Inmersión**

Tomando en cuenta que todos los vidrios se ven afectados por el ambiente en el cual se encuentra sumergido, es muy importante estudiar y caracterizar la profundidad a la cual se deben sumergir los termómetros de líquido en vidrio al momento de realizar una medición. El tipo de inmersión se establece en el momento de diseñar o construir los termómetros de los cuales se conocen tres, y éstos son:

- Termómetros de inmersión total.

Éstos termómetros están diseñados para indicar correctamente los valores de temperatura cuando el bulbo y toda la columna de líquido se sumergen en el medio donde se requiere determinar la temperatura, hasta la marca de temperatura que se quiere leer.

- Termómetros de inmersión parcial.

Éstos termómetros están diseñados para indicar correctamente los valores de temperatura cuando el bulbo y una porción especificada del capilar son sumergidos en el medio. **La línea de inmersión** nos indica precisamente la profundidad de inmersión de estos termómetros. La parte de la columna no expuesta a la temperatura que se desea medir es conocida como **columna emergente**.

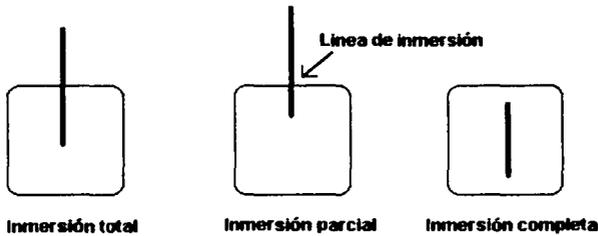
En este tipo de termómetros se debe especificar la profundidad de inmersión y la temperatura de la columna emergente, esta temperatura puede ser la misma para toda la lectura de la escala. No es recomendable utilizar los termómetros de inmersión parcial, por que si hay una corriente de aire presentes en el lugar donde se utilicen, provocan oscilaciones térmicas que modifican la temperatura de la columna emergente, por eso es mejor utilizar termómetros de inmersión total.

- **Termómetros de inmersión completa.**

Éstos están diseñados para usarse completamente sumergidos en el fluido.

Su aplicación no está muy generalizada.

Los tres tipos de inmersiones se pueden ver en la siguiente figura:



**Fig. 2 Tipos de termómetros de inmersión.**

Es importante tomar en cuenta que los termómetros deben ser utilizados únicamente a la profundidad a la que fueron calibrados. En caso de que deba usarse a una profundidad distinta, debe hacerse una corrección a la lectura con la finalidad de eliminar el error sistemático introducido. El tamaño de este error depende del tipo de termómetro y de la profundidad a la que se haya sumergido. Tomando en cuenta que todo proceso de medición involucra errores de diversos tipos, los más comunes son debido a la inmersión, presión, paralaje y depresión,

entre otros. Lo siguiente se utilizaba para la corrección que involucran los errores por tipo de inmersión.

Corrección por columna emergente.

Si el termómetro se utiliza a una profundidad distinta a la cual se calibró, se debe hacer una corrección por columna emergente, ésta corrección depende del tipo del termómetro utilizado, generalmente se hacen con termómetros faden, la longitud del bulbo de éstos debe ser aproximadamente igual a la longitud de la columna emergente.

Si se trata de un termómetro de inmersión total el cual no se pudo sumergir toda la columna del líquido, se debe hacer la siguiente corrección:

$$\text{Corrección} = kn (t_1 - t)$$

En donde:

$k$  = Coeficiente de expansión diferencial del líquido en el tipo de vidrio particular con el cual está hecho el termómetro.

$n$  = Número de marcas de la escala termométrica del termómetro.

$t$  = Lectura del termómetro faden.

$t_1$  = Temperatura del termómetro a corregir.

En el caso de que se trate de termómetros de inmersión parcial, la corrección se hace de la siguiente forma:

$$\text{Corrección} = 0.00016n (t_{sp} - t_{obs})$$

En donde:

$t_{sp}$  = Lectura del termómetro a corregir.

$t_{obs}$  = Temperatura del termómetro faden.

$n$  = Número de grados que de, acuerdo a la escala del termómetro, estarían incluidos en la longitud de la columna emergente.

Es importante mencionar que dichas correcciones no se aplican a termómetros de inmersión completa usados a inmersión parcial o total.

Corrección por presión.-

Considerando que las paredes del bulbo de los termómetros de líquido en vidrio no son totalmente rígidas, éstas se ven afectadas tanto por la presión que ejerce el medio exterior que rodea al bulbo por la presión interna que actúa sobre las paredes. Este efecto se traduce en una modificación en la lectura del termómetro.

Un aumento de la presión exterior origina una indicación del termómetro más elevada en tanto que un aumento de la presión interior origina una indicación menor para la misma temperatura. En el caso de la presión externa los factores que contribuyen son: la presión ejercida sobre las paredes internas del bulbo depende de la presión hidrostática del líquido termométrico de mercurio, y hace que éstos, sostenidos horizontalmente, marquen un valor algo superior que cuando están colocados verticalmente, en las mismas condiciones.

$$C_{ext.} = K R_{ext}^2 / (R_{ext}^2 - R_{int}^2)$$

En donde:

$R_{int}$  = Radio interno del bulbo

$R_{ext}$  = Radio externo del bulbo

$K$  = Constante que representa la elasticidad del vidrio y el factor de conversión para el cambio, en términos de un cambio de volumen, en términos de un cambio en grados en la escala del termómetro.

El coeficiente de presión interna se calcula con la siguiente expresión:

$$C_{int} = C_{ext} + 1.5 \times 10^{-5}$$

## Depresión temporal y ascenso secular.-

Como consecuencia de enfriar bruscamente un termómetro después de haberlo calentado, se modifican las propiedades internas del bulbo, lo cual hace que la indicación de un determinado punto de referencia a bajas temperaturas sufra un ligero cambio. Este cambio se conoce como depresión temporal, como consecuencia de la histéresis térmica.

La depresión es una variación, generalmente pasajera, de la lectura en dirección hacia temperaturas más bajas, y se produce cuando el termómetro se enfría bruscamente después de un calentamiento la depresión se puede corregir si el termómetro se deja a la temperatura ambiente por unos pocos días.

El ascenso, también llamado ascenso secular es un cambio permanente de la indicación en dirección a altas temperaturas, que aparece sobre todo en los termómetros cuyo tratamiento de estabilización no fue satisfactorio. Según el uso y el valor de la temperatura, se observa un aumento de unos 0.1 K hasta 10 K o más. Lo más seguro para valorar las variaciones permanentes del indicador, ocasionadas por el ascenso, es controlar regularmente la corrección del punto crioscópico.

Dentro de la medición de la temperatura existen los errores de paralaje, que se realizan en el momento de realizar la lectura de la temperatura y se debe de tomar en cuenta que la columna y la escala del termómetro no coincidan en un

mismo plano, sino que se encuentren superpuestos. Esto significa que el ojo del observador debe proyectar el menisco sobre la escala o la escala sobre el menisco. Por tal razón es importante colocar el ojo y el menisco en un plano perpendicular al eje del capilar de medida.

La siguiente figura muestra un error típico que se puede cometer en el momento de realizar la lectura de temperatura.

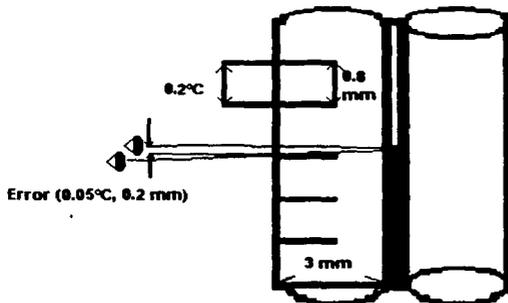


Fig 3. Errores de paralaje

Para un termómetro de 6 mm de diámetro graduado de intervalos de 0.2 °C, se puede cometer un error de 0.005°C si el observador observa con 4 grados de desviación de la normal.

En los termómetros se debe de tener en cuenta sus usos y cuidados los cuales son:

- Normalmente se deben de mantener en posición vertical para evitar la separación de la columna del líquido.
- Los termómetros con líquido que moja al vidrio ó aquellos que se utilizan a bajas temperaturas (menores que 50°C) deben protegerse, en lo posible, de los rayos solares con el fin de evitar daños al capilar causados por aumento en la presión interna.
- También durante el traslado de estos termómetros, lo más recomendable es envolverlos en papel de seda o algún material para amortiguar los golpes, y posteriormente, introducirlos en una caja de cartón o de madera.
- En caso de ruptura de algún termómetro se deben de tomar las debidas precauciones ya que los vapores de mercurio son altamente tóxicos.

En el momento de calibración se debe tomar en cuenta, que los termómetros requieren, para operar adecuadamente, del control adecuado de las condiciones ambientales y de equipo especializado.

Es conveniente contar con temperatura, humedad y presión constantes, ya que, como se mencionó, los termómetros de inmersión parcial ven afectado su desempeño por variaciones en la temperatura de su columna emergente.

Ya que el termómetro patrón RTD es calibrado en el CENAM, se deben de tomar muy en cuenta sus condiciones, las cuales son las siguientes:

- Temperatura:  $23 \pm 1.5^{\circ}\text{C}$
- Humedad Relativa: 20-50% RH
- Presión: El sistema debe mantenerse con un gradiente de presión positiva (mayor que 10Pa) para asegurar el flujo del aire hacia el exterior.

Los termómetros pueden calibrarse por puntos fijos o por comparación.

#### 1. Calibración por puntos fijos.

No es muy recomendable por ser muy costosa, ya que proporciona muy alta exactitud (uno o 2 ordenes de magnitud mejor que la de termómetros de líquido en vidrio).

#### 2. Calibración por comparación.

Se realiza por medio de comparación con termómetros de resistencia de platino patrón o con termómetros de mercurio patrón, esto depende de la exactitud que se requiera, en un medio isotérmico. <sup>(8)</sup>

El equipo con el cual se debe de realizar esta calibración es el siguiente:

- Baños para calibración (de aceite y de sal)
- Baño para el punto triple del agua
- Celda para el punto triple del agua

- Termómetros de resistencia de platino
- Puente termométrico
- Termómetros de mercurio
- Termómetros de líquidos orgánicos
- Termómetros faden
- telescopios, microscopios, graficador

El procedimiento que se sigue en este tipo de calibración es la siguiente:

Inspeccionar cuidadosamente el instrumento a calibrar, ya que esto decidirá si es posible calibrarlo o no, un termómetro se rechaza por:

Tener rupturas o raspaduras el capilar que impida una buena visualización de la columna de líquido, defectos de diámetro del capilar de vidrio, graduación defectuosa de la escala, y/u oxidación en el caso del mercurio.

Dicha inspección se lleva a cabo con ayuda de un microscopio de moderado aumento.

Después de la inspección se hace una primera medición en un punto fijo (regularmente el punto de solidificación del agua (0°C) o, en raras ocasiones en el punto de ebullición (100°C), para termómetros de líquido en vidrio se puede usar cualquier temperatura de referencia pero por mayor reproducibilidad se elige el punto de congelación del agua. A continuación se toma una lectura cada 100 divisiones de la escal, en el caso de necesitar una mayor exactitud, las mediciones

pueden ser cada 20 ó 50 divisiones. Después de cada medición se debe de comprobar su temperatura al punto crioscópico, en caso de que se trate de un termómetro patrón , en caso contrario no es necesario que se realice dicha medición.

Para termómetros graduados por debajo de 300 °C, se hace una lectura del punto crioscópico antes de la calibración, y otra tres días después de que se ha realizado la lectura del último punto, ya que así se permite que el termómetro al dejarlo a temperatura ambiente recupere su volumen original, dentro de límites aceptables.

Para termómetros por encima de 300°C, se hace una lectura en el punto de hielo e inmediatamente después en el punto más alto de su escala, luego con un periodo de descanso de tres días a temperatura ambiente se toma la segunda lectura en el punto de hielo, la coincidencia entre la primera y la segunda lectura deben de estar entre los límites de incertidumbre del termómetro. De no ser así se desecha el termómetro por no ser conveniente para la calibración.

Hay termómetros que operan por encima de 210°C deben ser sometidos a una prueba de estabilización antes de ser calibrados. Dicha prueba es un tratamiento térmico para destensionar al vidrio.

Siempre al haber terminado la calibración se verifica únicamente el punto de hielo para cerciorarse del buen estado del termómetro.

Es recomendable que los termómetros de líquido en vidrio se mantengan en posición vertical tanto al realizar la calibración como al realizar las mediciones, ya que al tomar las mediciones en la posición horizontal produce error aleatorio.

En la tabla # 1 se muestran los puntos fijos que conforman la escala Internacional de temperatura.

#### II.5.2 Otros tipos de termómetros utilizados en el área farmacéutica.

Existen también termómetros metálicos que tienen un coeficiente de expansión o contracción adecuados que son los bimetálicos y están formados por 2 cintas de metales diferentes, unidas entre sí y enrolladas en forma de hélice. La dilatación diferencial del elemento bimetálico determina el movimiento de una aguja, la cual marca la temperatura, son lentos y no muy exactos, permitiendo una medición de temperatura de  $-185^{\circ}\text{C}$  y  $420^{\circ}\text{C}$ .

Hay otros que presentan resistencia eléctrica (**RTD**) que consiste de un elemento llamado resistor, un instrumento para medir resistencia y conductores eléctricos que conectan a ambos. El resistor consiste de un elemento sensor metálico, usualmente en forma de alambre, que contiene características de temperatura-resistividad reproducibles y estables.

El principio de operación son las bases de la termometría de resistencia es el hecho de que muchos metales y algunos semiconductores experimentan un

cambio en su resistividad con la temperatura, y lo hacen de una manera bien conocida. El cambio de algunos metales siguen una relación bien definida, la cual se expresa de la siguiente manera:

$$R_t = R_{ref}(1 + \alpha t)$$

donde:

$R_t$  = resistencia del conductor a la temperatura  $t(^{\circ}\text{C})$

$R_{ref}$  = resistencia a la temperatura de referencia (normalmente a  $0^{\circ}\text{C}$ )

$\alpha$  = coeficiente de temperatura de resistencia.

Casi todos los conductores tienen una temperatura de resistencia positiva, de manera que la resistencia se incrementa a medida que la temperatura aumenta. Un ejemplo de materiales con temperatura de resistencia negativa son el carbón y el germanio esto significa que la resistencia decrece cuando la temperatura incrementa.

El cambio de resistencia se mide con un puente de Wheatstone, el cual se calibra para indicar la temperatura que modifica la resistencia en lugar del cambio de resistencia misma. La resistencia de platino se incrementa linealmente con respecto a los incrementos de la temperatura.

Para un termómetro de resistencia de Platino, la resistencia a cualquier temperatura puede representarse por la ecuación:

$$R_t = R_o (1 + At + Bt^3)$$

donde:

$R_t$  = es la resistencia del termómetro a una temperatura,  $t$

$R_o$  = es la resistencia a  $0^\circ \text{C}$

$A$  y  $B$  = son constantes que dependen de las características del alambre de platino

Los termómetros de platino se han elegido como un material resistor para termómetros de alta exactitud por las siguientes razones:

- La relación resistencia y temperatura es muy simple y ésta se mantiene en un amplio intervalo de temperatura.
- Su resistividad es relativamente alta.
- Físicamente estable.
- Es resistente a la corrosión.
- Es posible destensionarlo llevándolo a altas temperaturas en aire.
- Se trabaja con alambres muy finos.

Por las características mencionadas anteriormente han sido elegidos como instrumentos definitorios en la EIT-90, en un amplio intervalo de temperatura (13.80 K a  $960^\circ \text{C}$ )

Existen otros tipos de termómetros que son activados por gas y vapor, de líquido en metal, los primeros operan fundamentalmente con la Ley de Charles, en esta ley se establece que es un gas ideal, de un peso dado y a un volumen constante, produce una presión absoluta en proporción directa a la temperatura absoluta del gas, basándose en la siguiente ecuación:

$$\frac{P_1}{P_2} = \frac{T_1}{T_2}$$

Pueden tener un intervalo de operación de -90°C a 550°C, por lo general el gas utilizado es nitrógeno, pero se pueden utilizar otros gases, pero una característica muy importante del gas es que debe de ser químicamente inerte, poseer un alto coeficiente de expansión a volumen constante, baja viscosidad, bajo calor específico y tener alta pureza.

En los termómetros activados por vapor, para este tipo se utiliza un líquido volátil como medio de llenado y existe una condición de equilibrio a cualquier temperatura en particular, esto significa que están presentes el estado de vapor y el estado líquido, y que la presión de vapor es exactamente la adecuada para evitar un cambio posterior de líquido a vapor. . Así conforme aumenta la temperatura, la mayor parte del líquido se transforma en vapor y ejerce mas presión en el tubo de bourdon haciendo que sufra una deflexión, en cambio

cuando la temperatura desciende la presión disminuye con una contracción resultante del tubo y el capilar del líquido.

No son recomendables cuando la temperatura ambiente es la misma a la circundante o muy parecida a la que se va a medir, por lo tanto tienen intervalos de operación de 40° a 320°C.

Termistores, o resistores térmicos, son semiconductores que se comportan como resistencias con un coeficiente de temperatura de resistencia alta, y generalmente negativo. En algunos casos, la resistencia de un termistor a temperatura ambiente puede disminuir hasta un 6% por cada °C que se eleve la temperatura, dada esta sensibilidad son muy convenientes para mediciones, control y compensar con precisión la temperatura, el uso de termistores es muy aplicable a su más baja temperatura ya que va de -100° a 300°C.

Estos termistores esta compuestos de una mezcla de metales, tales como Manganeso, níquel, cobre, hierro y uranio.

Hay tres características muy importantes para sus aplicaciones en medicina y control:

- a) Resistencia-temperatura,
- b) Voltaje-Corriente,
- c) Corriente-tiempo.

Hay otros termómetros de líquido en metal, los cuales pueden contener mercurio o algún líquido orgánico como: monoclorurobenceno, alcohol metílico y benceno etílico. Funciona con base en el principio de presión, manteniendo un volumen mas o menos fijo. Teniendo la siguiente ecuación:

$$P_1 T_2 = P_2 T_1$$

Siendo evidente que la presión cambia en función de la temperatura. Desafortunada mente ningún líquido se conforma de manera ideal, pero no obstante son muy precisos para encontrar un uso muy difundido en aplicaciones industriales.

Los límites de temperatura van desde  $-38^{\circ}\text{C}$  a  $650^{\circ}\text{C}$ . No son recomendables cuando necesitan respuestas de temperaturas rápidas.

Los termopares son termómetros que se usan mucho en la industria y son dos metales disímiles que están en contacto, se genera un voltaje quedando éste en función de la temperatura.

Hay otros 2 tipos de termómetros llamados pirometros, uno de ellos es por radiación y el otro es por óptica, se recurre a ambos cuando se deben medir temperaturas y el contacto físico con el medio que se va ha medir es imposible o es poco práctico. La primera de estas pirometrías mide el calor radiante emitido o

reflejado por un objeto caliente. Aunque la teoría indica que deben de ser sensibles a todo el espectro de energía irradiada por el objeto, los pirómetros de radiación son sensibles a una banda limitada de longitudes de onda de energía radiante. El principio de operación de los pirómetros de radiación térmica se basan en los conceptos de cuerpo negro.

En cambio en los pirómetros ópticos miden la intensidad de energía radiante en una banda angosta de longitudes de onda del espectro visible. El pirómetro óptico es un dispositivo para medir la temperatura de un objeto caliente por la brillantez de la superficie de dicho objeto. El ojo humano, sin ninguna ayuda, fue el primer pirómetro óptico que se uso para determinar la temperatura de objetos candentes, era aproximado y solo permitía hacer una estimación, pero constituía el único medio disponible para determinar altas temperaturas. En realidad la pirometría óptica que usa un instrumento con el que mide la brillantez desconocida de un objeto, comparandola con la brillantez conocida de una fuente fija. La intensidad de la luz de un espectro visible emitida por un objeto caliente varía rápidamente con su temperatura. Esto se puede demostrar mejor mediante el hecho de que el efecto visual de la radiación roja a 1371°C varía 12 veces más rápido que la temperatura. Puesto que un pequeño cambio en la temperatura produce un cambio mucho mayor en la brillantez.

## **II.6 Escala Internacional de Temperatura 1990 (ITS-90)**

La unidad física fundamental es conocida como temperatura termodinámica, usando el símbolo  $T$  y para Kelvin el símbolo  $K$ , definida como una fracción  $1/273,16$  de la temperatura termodinámica del punto triple del agua.

La unidad de Celsius de temperatura es en grados Celsius, Teniendo como símbolo  $^{\circ}C$ , el cual tiene una definición igual en magnitud a Kelvin. Por lo tanto la temperatura puede ser expresada en grados Celsius o Kelvin.

La ITS-90 define a ambas temperaturas internacionales: a Kelvin como  $T_{90}$  y a grados Celsius como  $t_{90}$ .

Tabla 1. Puntos fijos de la ITS-90

Número	Temperatura		Sustancia <sup>a</sup>	Estado <sup>b</sup>
	T <sub>90</sub> /K	t <sub>90</sub> /°C		
1	3 a 5	-270,15 a -268,15	He	V
2	13,8033	-259,3467	e-H <sub>2</sub>	T
3	≈17	≈-256,15	e-H <sub>2</sub> (o He)	V (o G)
4	≈20,3	≈-253,85	e-H <sub>2</sub> (o He)	V (o G)
5	24,5561	-28,5939	Ne	T
6	54,3584	-218,7916	O <sub>2</sub>	T
7	83,8058	-189,3442	Ar	T
8	234,3156	-38,8344	Hg	T
9	273,16	0,01	H <sub>2</sub> O	T
10	302,9146	29,7646	Ga	M
11	429,7485	156,5985	In	F
12	505,078	231,928	Sn	F
13	692,677	419,527	Zn	F
14	933,473	660,323	Al	F
15	1234,93	961,78	Ag	F
16	1337,33	1064,18	Au	F
17	1357,77	1084,62	Cu	F

<sup>a</sup> Todas las sustancias excepto el 3He son de composición isotrópica natural y el e-H<sub>2</sub> está en equilibrio de concentración de orto y para- molecular formas.

<sup>b</sup> T= Punto triple de cada elemento

V= Vapor

G= Gas

M, F= Punto de fusión, Punto de congelación (tienen una presión de 325 Pa, en la cual las fases sólido y el líquido están en equilibrio).

## **II.7 Caracterización de instrumentos y equipo.**

En este trabajo es necesario validar la fuente de temperatura a cero grados Celsius para registrar el punto cero de los termómetros durante la calibración. La fuente usada es un recipiente Dewar con hielo a frappe, en el cual la temperatura a registrar dependerá del lugar donde se coloque el termómetro y el patrón a lo ancho y a la profundidad del recipiente. Para ello es necesario tomar decisiones sobre la posición de cada instrumento, considerando la menor diferencia de temperaturas. Con el fin de lograr una adecuada colocación de patrón e instrumento en el Dewar se decidió usar el análisis de varianza como herramienta estadística..

El término análisis de varianza describe una técnica mediante la cual se analiza la variación de la población, ya sea total o dividida en componentes representativos. Mediante el análisis de varianza podemos interpretar si hay diferencias significativas entre los diferentes puntos en el Dewar y con estos resultados decidir los mejores puntos para la lectura de temperatura en el proceso de calibración. Una tabla típica de 1 bloque y un tratamiento se muestra a continuación:

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F
Tratamientos	a-1	SS(Tr)	$MS(Tr) = \frac{SS(Tr)}{(a-1)}$	$F_{Tr} = \frac{MS(Tr)}{MSE}$
Bloques	b-1	SS(BI)	$MS(BI) = \frac{SS(BI)}{(b-1)}$	$F_{BI} = \frac{MS(BI)}{MSE}$
Error	(a-1)(b-1)	SSE	$MSE = \frac{SSE}{(a-1)(b-1)}$	
TOTAL	ab-1	SST		

Donde:

- F para bloques

$$F_{BI} = \frac{MS(BI)}{MSE} = \frac{SS(BI) / (b-1)}{SSE / (a-1)(b-1)}$$

- F para tratamientos

$$F_{Tr} = \frac{MS(Tr)}{MSE} = \frac{SS(Tr) / (a-1)}{SSE / (a-1)(b-1)}$$

- SSE= suma de cuadrados del error.

$$SSE = SST - SS(Tr) - SS(BI)$$

- Suma de cuadrados

$$SST = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b y_{ij}^2 - C$$

$$SS(Tr) = \left( \sum_{i=1}^a T_i^2 \right) / b - C$$

$$SS(BI) = \left( \sum_{j=1}^b T_j^2 \right) / a - C$$

donde C: es el término de corrección dado por:  $C = T^2 / ab$

## **II.8 Definiciones**

- **Configuración metrológica.** <sup>(3)</sup>

Conjunto de operaciones requeridas para asegurar que un elemento del equipo de medición esté conforme con los requisitos para el uso intencionado.

- **Calificación.** <sup>(3)</sup>

Evaluación de las características de los elementos de un proceso.

- **Equipo de medición.** <sup>(3)</sup>

Todos los instrumentos de medición, patrones de medición, materiales de referencia, aparatos auxiliares e instrucciones que son necesarios para llevar a cabo una medición. Este término incluye el equipo de medición utilizado en el curso de una inspección o una prueba, así como el usado en calibración.

- **Medición.** <sup>(3)</sup>

Conjunto de operaciones que tiene por objeto determinar el valor de una magnitud.

- **Mensurado.** <sup>(3)</sup>

Magnitud sujeta a medición.

- **Exactitud de la medición.** <sup>(3)</sup>

La proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y el valor verdadero (convencional) del mensurado.

- **Incertidumbre de medida.** <sup>(4)</sup>

Parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mensurando.

**Nota.** La definición anterior es compatible con la siguiente definición:

- **Incertidumbre de medición.** <sup>(3)</sup>

Resultado de la evaluación orientada a la caracterización del intervalo dentro del cual se estima que cae el valor verdadero, generalmente con una determinada probabilidad.

- **Incertidumbre típica.** <sup>(4)</sup>

Incertidumbre de un resultado de una medición, expresada en forma de desviación típica.

- **Evaluación de tipo A (de incertidumbre).** <sup>(4)</sup>

**Método de evaluación de la incertidumbre mediante análisis estadístico de series de observaciones.**

- **Evaluación de tipo B (de incertidumbre).** <sup>(4)</sup>

**Método de evaluación de la incertidumbre por medios distintos al análisis estadístico de series de observaciones.**

- **Error (absoluto) de medición. (Error de medida)** <sup>(3)</sup>

**El resultado numérico de una medición menos el valor verdadero del mensurado.**

- **Error relativo.** <sup>(4)</sup>

**Error de medida dividido por un valor verdadero del mensurado.**

- **Error aleatorio.** <sup>(4)</sup>

**Resultado de una medición menos la medida que resultaría de un número infinito de mediciones del mismo mensurado realizadas bajo condiciones de repetibilidad. (El error aleatorio es igual al error menos el error sistemático.)**

- **Error sistemático.** <sup>(4)</sup>

Media que resultaría de un número infinito de mediciones del mismo mensurado realizadas bajo condiciones de repetibilidad, menos un valor verdadero del mensurado.

- **Instrumento de medición.** <sup>(3)</sup>

Dispositivo destinado a realizar una medición, solo o con equipos auxiliares.

- **Condiciones de referencia.** <sup>(3)</sup>

Condiciones de utilización de un instrumento de medición prescritas para las pruebas de funcionamiento, o para asegurar la validez de la comparación entre resultados de mediciones.

Nota. Las condiciones de referencia especifican generalmente "valores de referencia" o "amplitudes de referencia" para las magnitudes de influencia que afectan un instrumento de medición.

- **Magnitud de influencia.** <sup>(3)</sup>

Cantidad que no es medida por los efectos de un resultado de medición.

- **Estabilidad.** <sup>(3)</sup>

La aptitud de un instrumento de medición para conservar constantes sus características metrológicas.

- **Material de referencia.** <sup>(3)</sup>

Un material o una sustancia, de los cuales una o más propiedades están suficientemente bien establecidas para ser usadas en la calibración de un aparato, en la evaluación de un método de medición o para asignar valores a parámetros característicos de materiales.

- **Patrón nacional (de medición).** <sup>(3)</sup>

Patrón reconocido mediante una decisión nacional oficial para servir, en un país, como base para fijar los valores de todos los otros patrones de la magnitud considerada.

- **Patrón (de medición)** <sup>(3)</sup>

Medida materializada, instrumento de medición, material de referencia o sistema destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad, o uno o más valores de una cantidad para transmitirlos, por comparación, a otros instrumentos de medición.

- **Trazabilidad.** <sup>(3)</sup>

La propiedad del resultado de una medición por la cual ella puede ser relacionada a patrones de medición apropiados, generalmente patrones internacionales o nacionales, a través de una cadena ininterrumpida de comparaciones.

Estos patrones deben ser consistentes con las recomendaciones de la Conferencia General de Pesas y Medidas (CGPM).

- **Resolución.** <sup>(3)</sup>

Expresión cuantitativa de la amplitud de un dispositivo indicador para distinguir significativamente valores adyacentes de la magnitud indicada.

- **División mínima.**

Es la cantidad mínima más pequeña la cual se mide.

- **Sensibilidad.**

Cambio en la sensibilidad de un instrumento de medición dividido por los cambios correspondientes por un estímulo.

- **Amplitud de medición especificada.**<sup>(3)</sup>

Conjunto de valores de un mensurando para los cuales el error del instrumento de medición se mantiene entre límites especificados. Los límites superior e inferior algunas veces son llamados "capacidad máxima o mínima".

- **Alcance.**

El alcance de un instrumento es el módulo de la diferencia entre el límite superior de la escala y el límite inferior de la misma.

- **Calibración.**<sup>(3)</sup>

Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones especificadas, la relación entre los valores indicados por un instrumento de medición o un sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada o un material de referencia, y los valores correspondientes de una cantidad obtenida por un patrón de referencia.

**Notas. 1.** El resultado de una calibración permite estimar los errores de indicación de un instrumento de medición, del sistema de medición o de la medida materializada, o la asignación de valores a trazos sobre escalas arbitrarias.

2. Una calibración puede también determinar otras propiedades metrológicas.

3. El resultado de una calibración puede ser registrado en un documento denominado a menudo "certificado de calibración" o " informe de calibración".

4. El resultado de una calibración a veces es expresado como una corrección, un "factor de calibración", o una "curva de calibración".

### **III. Desarrollo Experimental.**



**PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE  
OPERACIÓN**



DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 1 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

## T-05 PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO PARA LABORATORIO

### OBJETIVO.-

Establecer un procedimiento de calibración de termómetros de líquido en vidrio.

### CAMPO DE APLICACIÓN.-

Termómetros de un bulbo de vidrio lleno de un líquido y conectando con un tubo capilar de vidrio. Una escala asociada al tubo capilar que permite que la temperatura pueda leerse en la posición de la superficie del líquido en tubo.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AGRARIA



<b>DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO</b>		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 2 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

**ALCANCE.-**

Control de calidad, calibración, validación, medición y enseñanza.

**EQUIPO.-**

- Baño para calibración KAYE
- Patrón calibrado RTD
- Lupa
- Termómetro líquido en vidrio
- Termómetros o termopares calibrados auxiliares para el cálculo de columna emergente.
- Lector de temperatura y humedad, en este caso se utilizó: una Marca Vaisala HM 34 Humidity & Temperature meter. Calibrado 5-9 1996. (By LH Due 1Yr Vaisala, INC Woburn, MA.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AVENMA



<b>DEPARTAMENTO: DE QUIMICA Y FISICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO</b>		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 3 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

### CONDICIONES AMBIENTALES.-

- Temperatura de trabajo.-  $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$
- Humedad relativa.-  $50\% \pm 5\%$
- Tiempo de calentamiento del RTD 15 min

### PROCEDIMIENTOS.-

Calibración por comparación con ayuda de un RTD patrón.

#### 1- Inspección

Revisar cuidadosamente el instrumento con una lupa. Esto permitirá decidir si es posible calibrarlo. Durante la revisión debe verificarse que el instrumento no presente:

**ESTA TESIS NO SALE  
DE LA BIBLIOTECA**



<b>DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO</b>		
<b>PNO: FQOCT05</b>	<b>en Vigor Sept 2002</b>	<b>Pag 4 de 18</b>
<b>Próxima revisión: Sept. 2003</b>		
<b>Elaborado por:</b> Regina Mireles Boeneker	<b>Revisado por:</b> Angeles Olvera	<b>Aprobado por:</b> Angeles Olvera

Ruptura o raspadura del capilar que impida visualizar la columna de líquido

Defectos en diámetro del capilar del vidrio por ejemplo: mal manufacturado

Graduación defectuosa de la escala

Oxidación (en el caso del mercurio)

Si el instrumento presenta algunos de los defectos mencionados es rechazado.

Llenar la forma F 10

2.- Identificar la profundidad de inmersión.



<b>DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO</b>		
<b>PNO: FQOCT05</b>	<b>en Vigor Sept 2002</b>	<b>Pag 5 de 18</b>
	<b>Próxima revisión: Sept 2003</b>	
<b>Elaborado por:</b> <b>Regina Mireles Boeneker</b>	<b>Revisado por:</b> <b>Angeles Olvera</b>	<b>Aprobado por:</b> <b>Angeles Olvera</b>

**Inmersión parcial.-** Se sumergirá el bulbo y una parte específica de la columna en los baños a temperatura constante, la línea de inmersión, nos indica la porción sumergida.

**Inmersión total.-** El termómetro deberá de ser inmerso en los baños de forma tal que todo el líquido termométrico sea expuesto a la temperatura a ser medida.

**Inmersión completa.-** Se sumerge completamente en el fluido del baño.

Si el termómetro es ASTM debe calibrarse de acuerdo al procedimiento ASTM E//89 Standard Test Method for Inspection and Verification



DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 6 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

of Liquid in Glass Thermometers, disponible en la biblioteca de la facultad de Química.

### 3.- Elección de los puntos a calibrar.

La elección de los puntos fijos depende de las necesidades del solicitante, pero como lineamiento general se pueden elegir 5 puntos o puntos cada 100 divisiones de la escala que cubran un mínimo de 80% del intervalo del termómetro, esto dará una valoración del termómetro, para alta exactitud se pueden hacer cada 20 o 50 divisiones. Para termómetros patrón después de cada medición se debe comprobar la temperatura del punto crioscópico.

Para termómetros graduados por arriba de 300°C se hace una lectura en el punto de hielo, inmediatamente después, en el punto más alto de la



<b>DEPARTAMENTO: DE QUIMICA Y FISICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO</b>		
<b>PNO: FQOCT05</b>	<b>en Vigor Sept 2002</b>	<b>Pag 7 de 18</b>
	<b>Próxima revisión: Sept. 2003</b>	
<b>Elaborado por:</b> Regina Mireles Boeneker	<b>Revisado por:</b> Angeles Olvera	<b>Aprobado por:</b> Angeles Olvera

escala: luego en un período de descanso de 3 días a temperatura ambiente se toma la segunda lectura en el punto de hielo. La coincidencia entre la primera y segunda lectura debe de estar dentro de límites de incertidumbre del termómetro. De otra manera se desecha el termómetro como no conveniente para calibración.

Los termómetros que operan a temperaturas superiores de 210°C deben ser sometidos a una prueba de estabilización antes de ser calibrados. Dicha prueba es, básicamente, un tratamiento térmico para destensionar al vidrio.

La preparación de los baños de temperatura constante se indica en los procedimientos T-08 para punto triple del agua, T-09 para puntos abajo del punto triple del agua y T-10 para puntos arriba de cero grados Celsius.



<b>DEPARTAMENTO: DE QUIMICA Y FISICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO</b>		
<b>PNO: FQOCT05</b>	<b>en Vigor Sept 2002</b>	<b>Pag 8 de 18</b>
	<b>Próxima revisión: Sept. 2003</b>	
<b>Elaborado por:</b> Regina Mireles Boeneker	<b>Revisado por:</b> Angeles Olivera	<b>Aprobado por:</b> Angeles Olivera

#### 4.- Procedimiento de Calibración.-

El procedimiento general consiste en la inmersión de los termómetros a calibrar en un baño a temperatura constante comparando sus lecturas contra las de un termómetro de referencia que se encuentra sumergido en el mismo baño. El termómetro de referencia utilizado es un termómetro de resistencia de platino (RTD).

Los gradientes de temperatura en el baño a temperatura constante deben ser menores a la exactitud de los termómetros a calibrar. Los termómetros deben ser sumergidos adecuadamente dependiendo del tipo de inmersión de cada termómetro a calibrar, de no lograr cumplir este requisito se debe corregir por columna termopares a lo largo de la columna emergente desde



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AVELLANEDA



**DEPARTAMENTO: DE QUIMICA Y FISICA TEORICA**

**PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO**

PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 9 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

la línea donde está sumergido hasta donde debe sumergirse, o mediante un termómetro que mida la temperatura en la zona mencionada.

Ya con la profundidad correcta del termómetro y se alcance la estabilidad registrar el valor de la lectura, teniendo en cuenta evitar el error de paralaje, y que las lecturas sean tomadas, si es posible, por más de una persona. Son recomendadas un mínimo de tres lecturas, a un intervalo de 5 minutos.

Para calibrar el termómetro a otras temperaturas proceda a sacar el termómetro del baño y a estabilizarlo a temperatura ambiente. Colóquelo en posición vertical.

Colocar todos los datos en la forma F 10



<b>DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO</b>		
<b>PNO: FQOCT05</b>	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	<b>Pag 10 de 18</b>
<b>Elaborado por:</b> Regina Mireles Boeneker	<b>Revisado por:</b> Angeles Olvera	<b>Aprobado por:</b> Angeles Olvera

Una vez terminado el procedimiento de calibración, se verifica únicamente el punto de hielo para cerciorarse del buen estado del termómetro.

**ADVERTENCIA.- LOS TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO DEBEN MANTENERSE EN POSICIÓN VERTICAL TANTO AL REALIZAR LA CALIBRACIÓN COMO AL HACER MEDICIONES.**

**Correcciones.-**

**Corrección por diferencia de pozo.-**

Quando se utiliza un baño a temperatura constante de pozo seco para ejecutar la calibración, se tiene el problema de diferencia de pozo, esto es el termómetro patrón se encuentra en otro pozo, y debemos estar seguros de como se comporta el baño en cada uno de sus pozos, por ello se debe correr una serie de experimentos que nos informen el estado en que se encuentra.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
ALFAROMA



DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 11 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

cada pozo y si hay diferencia corregir, esta corrección nos dará una incertidumbre en la lectura.

#### Corrección por profundidad de pozo.-

Con la finalidad de ejecutar una lectura lo menos errónea posible en el termómetro a calibrar, este debe colocarse en una profundidad que pueda hacerse lectura sin necesidad de acomodarse el termómetro en cada lectura, se logra si se coloca la marca del termómetro donde se hace la lectura lo suficientemente afuera del baño de tal forma que pueda hacerse la lectura sin cometer error de paralaje, en ocasiones el termómetro no queda tocando el fondo del pozo, por tal motivo es necesario corregir la profundidad del pozo, esto se logra ejecutando una serie de experimentos que nos indiquen el estado del pozo, esta corrección nos contribuirá a la incertidumbre de la medida.



DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO		
PNQ: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 12 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

Corrección por columna emergente.-

Cuando un termómetro se utiliza a una profundidad distinta a la cual se calibró, se debe hacer una corrección por columna emergente, Dicha corrección depende del tipo de termómetro que se esté usando. Generalmente la corrección por columna emergente se hacen con termómetros Faden, la longitud del bulbo de éstos termómetros debe ser aproximadamente igual a la longitud de la columna emergente.

Si se trata de un termómetro de inmersión total el cual no se pudo sumergir toda la columna del líquido, se debe hacer la siguiente corrección:

$$\text{Corrección} = kn (t_1 - t)$$



DEPARTAMENTO: DE QUIMICA Y FISICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 13 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

En donde:

$k =$  Coeficiente de expansión diferencial del líquido en el tipo de vidrio particular con el cual está hecho el termómetro.

$n =$  Número de marcas de la escala termométrica del termómetro.

$t =$  Lectura del termómetro faden.

$t_1 =$  Temperatura del termómetro a corregir.

En el caso de que se trate de termómetros de inmersión parcial, la corrección se hace de la siguiente forma:

$$\text{Corrección} = 0.00016n (t_{sp} - t_{obs})$$

En donde:



DEPARTAMENTO: DE QUIMICA Y FISICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO		
PNQ: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 14 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

$t_{sp}$  = Lectura del termómetro a corregir.

$t_{obs}$  = Temperatura del termómetro faden.

$n$  = Número de grados que de, acuerdo a la escala del termómetro, estarían incluidos en la longitud de la columna emergente.

Corrección por presión.-

Considerando que las paredes del bulbo de los termómetros de líquido en vidrio no son totalmente rígidas, éstas se ven afectadas tanto por la presión que ejerce el medio exterior que rodea al bulbo por la presión interna que actúa sobre las paredes. Este efecto se traduce en una modificación en la lectura del termómetro.



DEPARTAMENTO: DE QUIMICA Y FISICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 15 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

Un aumento de la presión exterior origina una indicación del termómetro más elevada en tanto que un aumento de la presión interior origina una indicación menor para la misma temperatura. En el caso de la presión externa los factores que contribuyen son: la presión ejercida sobre las paredes internas del bulbo depende de la presión hidrostática del líquido termométrico de mercurio, y hace que éstos, sostenidos horizontalmente, marquen un valor algo superior que cuando están colocados verticalmente, en las mismas condiciones.

$$C_{ext.} = K R_{ext}^2 / (R_{ext}^2 - R_{int}^2)$$

En donde:

$R_{int}$  = Radio interno del bulbo

$R_{ext}$  = Radio externo del bulbo



VENERABLE NACIONAL  
AVFV-93A



**DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA**

**PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO**

PNQ: FQOCT05

en Vigor Sept 2002

Pag 16 de 18

Próxima revisión: Sept. 2003

Elaborado por:

Revisado por:

Aprobado por:

Regina Mireles Boeneker

Angeles Olvera

Angeles Olvera

$K$  = Constante que representa la elasticidad del vidrio y el factor de conversión para el cambio, en términos de un cambio de volumen, en términos de un cambio en grados en la escala del termómetro.

El coeficiente de presión interna se calcula con la siguiente expresión:

$$C_{int} = C_{ext} + 1.5 \times 10^{-5}$$

**Depresión temporal y ascenso secular.-**

Como consecuencia de enfriar bruscamente un termómetro después de haberlo calentado, se modifican las propiedades internas del bulbo, lo cual hace que la indicación de un determinado punto de referencia a bajas temperaturas sufra un ligero cambio. Este cambio se conoce como depresión temporal, como consecuencia de la histéresis térmica.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AVELLANEDA



DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 17 de 18
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

La depresión es una variación, generalmente pasajera, de la lectura en dirección hacia temperaturas más bajas, y se produce cuando el termómetro se enfría bruscamente después de un calentamiento la depresión se puede corregir si el termómetro se deja a la temperatura ambiente por unos pocos días.

El ascenso, también llamado ascenso secular es un cambio permanente de la indicación en dirección a altas temperaturas, que aparece sobre todo en los termómetros cuyo tratamiento de estabilización no fue satisfactorio. Según el uso y el valor de la temperatura, se observa un aumento de unos 0.1 K hasta 10 K o más. Lo más seguro para valorar las variaciones permanentes del indicador, ocasionadas por el ascenso, es controlar regularmente la corrección del punto crioscópico.



<b>DEPARTAMENTO: DE QUIMICA Y FISICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO</b>		
<b>PNO: FQOCT05</b>	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	<b>Pag 18 de 18</b>
<b>Elaborado por:</b> Regina Mireles Boeneker	<b>Revisado por:</b> Angeles Olvera	<b>Aprobado por:</b> Angeles Olvera

#### **Error de paralaje.-**

Cuando se hace la lectura de un termómetro de líquido en vidrio, es necesario tomar en cuenta que la columna y la escala del termómetro no coincidan en un mismo plano, sino que se encuentran superpuestos. Esto significa que el ojo del observador debe proyectar el menisco sobre la escala o la escala sobre el menisco. Por tal razón es importante colocar el ojo y el menisco en un plano perpendicular al eje del capilar de medida.

**Informe de la incertidumbre es de acuerdo al anexo**

**T 05.01**

**Bibliografía: La número 8**



<b>DEPARTAMENTO: DE QUIMICA Y FISICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO ANEXO</b>		
<b>PNO: FQOCT05</b>	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	<b>Pag 1 de 6</b>
<b>Elaborado por:</b> Regina Mireles Boesker	<b>Revisado por:</b> Angeles Olvera	<b>Aprobado por:</b> Angeles Olvera

## T-05.01 PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO PARA LABORATORIO ANEXO.

### OBJETIVO.-

Establecer un procedimiento de informe de incertidumbre en la calibración de termómetros de líquido en vidrio.

### CAMPO DE APLICACIÓN.-

Termómetros de un bulbo de vidrio lleno de líquido y conectado con un tubo capilar de vidrio. Una escala asociada al tubo capilar que permite que la temperatura puede leerse en la posición de la superficie del líquido en el tubo.



VENERABLE  
UNIVERSIDAD NACIONAL  
ABRIL 1954



**DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA**

**PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO ANEXO**

PNÓ: FQOCT05

en Vigor Sept 2002

Pag 2 de 6

Próxima revisión: Sept. 2003

Elaborado por:

Revisado por:

Aprobado por:

Regina Mireles Boeneker

Angeles Olvera

Angeles Olvera

**ALCANCE.-**

Control de calidad, calibración, validación, medición y enseñanza.

**PROCEDIMIENTO.-**

El procedimiento de cálculo de incertidumbre se basa en la recomendación ISO TAG 1992 Expression of Uncertainty.

1.- Estimar las incertidumbres de cada uno de los factores que intervienen en el procedimiento de calibración del termómetro de líquido en vidrio.

**Incertidumbre de tipo A:**

Se evalúa a través de una serie de medida

$$\text{Media} = c = \frac{\sum c}{n}$$



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AVILÉS



<b>DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETOS DE LÍQUIDO EN VIDRIO ANEXO</b>		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 3 de 6
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

En donde:

$\Sigma c$  = sumatoria de las medias realizadas

n = número de veces que se realizó la medida.

$$\text{Varianza experimental} = S^2(c) = \Sigma (c - \bar{c})^2 / n - 1$$

$$\text{Desviación típica experimental} = S(c)$$

$$\text{Varianza experimental de la media} = S^2(\bar{c}) = S^2(c) / n$$

$$\text{Desviación típica experimental de la media o INCERTIDUMBRE TÍPICA} = S(\bar{c}) =$$

$$\Gamma(\bar{c})$$

Esta incertidumbre debe corregirse por el factor t de Student.

$$S(\bar{c}) = \Gamma(\bar{c}) \cdot t$$



UNIVERSIDAD NACIONAL  
de Tucumán



<b>DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETOS DE LÍQUIDO EN VIDRIO ANEXO</b>		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 4 de 6
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

**Incertidumbre de tipo B:**

**U(inst).- Incertidumbre del instrumento**

**U(p).- Incertidumbre por corrección de pozo**

**U( c ) Incertidumbre por corrección por columna**

**U (cert. RTD).- Incertidumbre por Cert. Del patrón**

**U(cp).- Incertidumbre por corrección por presión**

**Evaluación de la incertidumbre por corrección de pozo U (p)**

$$U(p) = \sqrt{U^2(RTD) + U^2(A) + U^2(INS)}$$

**En donde:**

**U2 (RTD) = incertidumbre del RTD informado en el certificado.**

**U2 (A) = Evaluada a través de varias lecturas**

**U2 (INS) = Instrumento de medida**



DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO ANEXO		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 5 de 6
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olivera	Aprobado por: Angeles Olivera

En donde  $U_2(\text{RTD}) = \sum_{i=1}^n \frac{X_i}{n}$

$$S^2 = \sum_{i=1}^n \frac{(X - \bar{X})^2}{n-1}$$

$$U_2(A) = \sqrt{\frac{S^2}{n}}$$

Incertidumbre por corrección de columna

Se obtiene partiendo de la ecuación, cualesquiera usada para ejecutar la corrección por ejemplo si usamos:

$$C = Kn (T-t)$$



DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO ANEXO		
PNO: FQOCT05	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 6 de 6
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

La incertidumbre estaría dada por:

$$U(c) = \sqrt{\left(\frac{d(c)}{d(K)}\right)^2 U_{(K)}^2 + \left(\frac{d(c)}{d(n)}\right)^2 U_{(n)}^2 + \left(\frac{d(c)}{d(T)}\right)^2 U_{(T)}^2 + \left(\frac{d(c)}{d(t)}\right)^2 U_{(t)}^2}$$

La incertidumbre combinada estará dada por la siguiente ecuación:

$$U(T) = \sqrt{U^2(RTD) + U^2(A) + U^2(INS) + U^2(c) + U^2(P) + U^2(CP)}$$

LA INCERTIDUMBRE SE CALCULA PARA CADA PUNTO FIJO ESCOGIDO.

Bibliografía : ISO TAG 1992 Expression of Uncertainty



UNIVERSIDAD NACIONAL  
INGENIERIA



<b>DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA VALIDACIÓN DE UNA FUENTE DE TEMPERATURA</b>		
<b>PNO:</b>	<b>en Vigor Sept 2002</b>	<b>Pag 1 de 6</b>
	<b>Próxima revisión: Sept. 2003</b>	
<b>Elaborado por:</b> Regina Mireles Boeneker	<b>Revisado por:</b> Angeles Olivera	<b>Aprobado por:</b> Angeles Olivera

## **PROCEDIMIENTO PARA LA VALIDACIÓN DE UNA FUENTE DE TEMPERATURA.**

### **OBJETIVO.-**

Establecer un Procedimiento para la validación de una fuente de intervalos de temperatura.

### **CAMPO DE APLICACIÓN.-**

El presente procedimiento es utilizado para validar la fuente de temperatura controlada de pozo seco. Para que con ellos se puedan calibrar los termómetros de líquido en vidrio.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AYEWA



**DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA**

**PROCEDIMIENTO PARA LA VALIDACIÓN DE UNA FUENTE DE TEMPERATURA**

**PNO:**

en Vigor Sept 2002

Pag 2 de 6

Próxima revisión: Sept. 2003

**Elaborado por:**

**Revisado por:**

**Aprobado por:**

Regina Mireles Boeneker

Angeles Olvera

Angeles Olvera

**ALCANCE.-**

Control de calidad, calibración, validación, medición y enseñanza.

**PROCEDIMIENTO.-**

**VALIDACIÓN DE FUENTE DE TEMPERATURA**

Para tener unos resultados confiables al calibrar los termómetros de líquido en vidrio, se debe de validar el comportamiento de la fuente de temperatura controlada.

1.- La fuente de temperatura se divide en 5 partes como se observa en la figura #5 y a ésta misma se le divide en 3 diferentes alturas las cuales son:



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AGRARIA



DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA VALIDACIÓN DE UNA FUENTE DE TEMPERATURA		
PNO:	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 3 de 6
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

- Altura 1.- 1.8 cm
- Altura 2.- 5.9 cm
- altura 3.- 9.6 cm

y estas alturas se observan más o menos como quedan en el termómetro RTD (Termómetro de Resistencia de Platino), la cual puedes ver en la figura #4.

2.- Tomar el por ciento de Humedad Relativa (%RH) del cuarto de calibración.

3.- Siempre se deja el RTD estabilizar 20 minutos antes de usarlo.

4.- Medir la temperatura a las 3 diferentes alturas en cada uno de los 5 pozos.

Cada vez que cambias el termómetro RTD de altura se deja estabilizar el termómetro por 10 minutos para estabilizar y tomar la temperatura por triplicado, dejando pasar 30 segundos entre lectura y lectura, leer a diferentes horas del día:

10:00, 12:00,14:00,16:00,18:00,20:00.

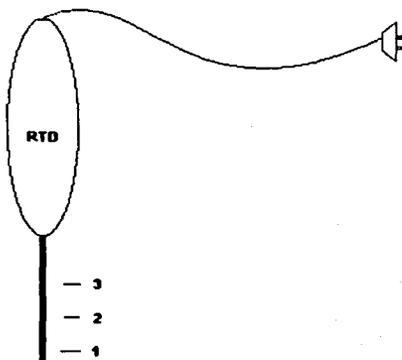


DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA VALIDACIÓN DE UNA FUENTE DE TEMPERATURA		
PNQ:	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 4 de 6
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olivera	Aprobado por: Angeles Olivera

5.- Medir la temperatura a diferentes horas del día y realizar un análisis de varianza para cada grupo de mediciones el análisis de varianza nos indicará si hay diferencia significativa en la lectura de temperaturas por pozo y por altura y así observar cual de ellos es menos significativo y así saber cual de ellos es en el que tenemos lecturas más confiables. El análisis de varianza se usa siguiendo la tabla que tenemos en la introducción de la presente tesis página 69 y se concluye que teniendo una  $F$  teórica o de tablas menos que la  $F$  practica los resultados no tienen una diferencia significativa. También realizar una prueba de Hipótesis relativas a dos Medias para ver en cual de las dos alturas escogidas experimentalmente es mejor realizar la calibración de termómetros o son iguales o comparables.



<b>DEPARTAMENTO: DE QUIMICA Y FISICA TEÓRICA</b>		
<b>PROCEDIMIENTO PARA LA VALIDACIÓN DE UNA FUENTE DE TEMPERATURA</b>		
PNO:	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 5 de 6
Elaborado por: Regina Mireles Boenekar	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera



**FIGURA 4. TERMÓMETRO RTD**

En esta figura se muestra el termómetro usado para las mediciones y las alturas a la cual éste fue sumergido en el vaso Dewar para la realización de la validación.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AVILA



DEPARTAMENTO: DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICA		
PROCEDIMIENTO PARA LA VALIDACIÓN DE UNA FUENTE DE TEMPERATURA		
PNO:	en Vigor Sept 2002 Próxima revisión: Sept. 2003	Pag 6 de 6
Elaborado por: Regina Mireles Boeneker	Revisado por: Angeles Olvera	Aprobado por: Angeles Olvera

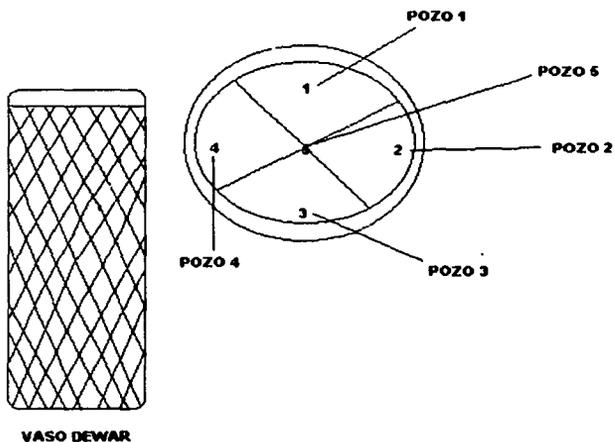


Figura No. 5

Fuente de temperatura, donde se indica la colocación de cada pozo.

**FORMA F-10**



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
FACULTAD DE QUÍMICA  
DEPARTAMENTO DE FÍSICO QUÍMICA TEÓRICA  
INFORME DE CALIBRACIÓN DE TEMPERATURA**

Fecha: \_\_\_\_\_  
No. de solicitud: \_\_\_\_\_

DATOS DEL TERMÓMETRO:	
Instrumento:	Modelo:
Ubicación:	No. de inventario:
Marca:	División Mínima:
Serie:	Intervalo de calibración:
Alcance:	Intervalo de uso:

DATOS DEL TERMÓMETRO PATRÓN	
Instrumento:	
Marca:	
Fecha de calibración:	

**RESULTADOS**

	Temp. °C	Temp.patrn °C	Temp. Inst. °C	Desviación	Incert.
<b>Escala 1</b>					
<b>Escala 2</b>					

Observaciones.

Acreditamiento ante el Sistema Nacional de Calibración T-22.

Nota. El cálculo de incertidumbre se realiza de acuerdo a la guía ISO-TAG 1992.

**MEDICIONES DE BAJA  
EXACTITUD  
TERMÓMETROS DE VASTAGO SOLIDO DE USO GENERAL**

Alcance Nominal	División de la Escala	Linea mayores a cada	Espesor de las Lineas  máximo	Número de fraccionado en cada	Numerado completo en cada	Longitud global  máximo	Longitud de la escala  (alcance nominal)  mínimo	Inmersión Total	Inmersión Error máximo	Temperatura promedio de la columna liquida emergente
								°C		
-100 a 300	1	5	0.25	/	10	305	180	2.0	*	*
-35 a 30	0.5	1	0.25	5	10	305	180	1.0	1.5	20
0 a 60	0.5	1	0.25	5	10	305	180	0.5	0.5	20
0 a 100	1	5	0.25	/	10	305	180	1.0	1.5	35
0 a 160	1	5	0.25	10	100	305	180	2.0	3.0	35
0 a 250	1	5	0.20	10	100	305	180	2.0	3.0	35
0 a 360	2	10	0.20	20	100	305	180	4.0	6.0	50
0 a 500	5	10	0.25	50	100	350	180	10.0	15.0	75

Tabla #2 Error Máximo permitido (EM) para termómetros de liquido en vidrio.(9)

MEDICIONES DE ALTA EXACTITUD

TERMÓMETROS DE VASTAGO SOLIDO DE USO GENERAL

Alcance Nominal	División de la Escala	Línea mayores a cada	Espesor de las Líneas máximo	Número fraccionado en cada	Número completo en cada	Longitud global máximo	Longitud de la escala (alcance nominal) mínimo	Inmersión		
								Total	Parcial	Temperatura promedio de la columna líquida emergente
°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C
-100 a 50	1	5	0.25	10	100	305	200	2.0	•	•
-50 a 50	1	5	0.25	/	10	305	150	2.0	•	•
-1 a 51	0.1	0.5	0.10	1	10	460	300	0.3	1.0	20
-1 a 101	0.1	0.5	0.10	1	10	610	500	0.3	1.0	35
-1 a 201	0.2	1	0.25	2	10	610	500	0.4 hasta 100 0.5 arriba 100	1.0 hasta 100 1.5 arriba 100	35
-35 a 50	1	5	0.25	/	10	305	200	0.5	1.0	20
-20 a 110	1	5	0.25	/	10	305	200	0.5	1.0	35
-20 a 150	1	5	0.20	10	100	305	200	0.5	1.0	35
-10 a 260	1	5	0.20	10	100	405	250	0.5 hasta 100 1.0 arriba 100	1.0 hasta 100 1.5 arriba 100	35
-10 a 400	2	10	0.25	20	100	405	250	2.0 hasta 300 0.4 arriba 300	2.5 hasta 300 5.0 arriba 300	50
-10 a 500	2	10	0.2	20	100	405	250	2.0 hasta 300 4.0 arriba 300	2.5 hasta 300 5.0 arriba 300	75

Tabla #3 Error Máximo permitido (EM) para termómetros de líquido en vidrio.

\*Para estos termómetros no se permite graduación para línea de inmersión parcial.(9)

101

Tabla #4 Indica los coeficientes de dilatación relativa de diferentes compuestos.  
(9)

COEFICIENTE DE DILATACIÓN RELATIVA	
Mercurio	0.00016 / °C
Mercurio talio	0.00016 / °C
Aleación de Galio	0.00010 / °C
Pentano	0.00100 / °C
Alcohol	0.00100 / °C
Toluol	0.00100 / °C

## IV. RESULTADOS



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AVIATION



## Tablas de Resultados

Los siguientes resultados son los de la validación de la fuente de temperatura controlada a 0°C, tomadas a lo largo de varias horas del día.

**Tabla No. 5**

10:15 am

	altura 1	altura 2	altura 3
pozo 1	1.333	0.056	-0.026
	1.321	0.019	-0.006
	1.489	0.027	-0.019
pozo 2	1.649	0.031	-0.024
	1.345	0.014	-0.009
	1.523	0.029	-0.018
pozo 3	1.646	0.03	-0.022
	1.36	0.031	-0.008
	1.452	0.028	-0.013
pozo 4	1.628	0.039	-0.03
	1.363	0.03	0
	1.435	0.032	-0.017
pozo 5	1.069	0.013	-0.026
	1.38	0.02	-0.003
	1.425	0.031	-0.015
<b>Media</b>	1.427866667	0.028666667	-0.01573333

**Tabla No. 6**

12:25 pm

	altura 1	altura 2	altura 3
pozo 1	2.674	-0.026	-0.008
	2.577	-0.031	-0.004
	2.559	-0.032	-0.007
pozo 2	2.736	-0.017	-0.007
	2.705	-0.028	-0.031
	2.729	-0.031	-0.032
pozo 3	2.7	-0.03	-0.034
	2.595	-0.035	-0.039
	2.422	-0.033	-0.039
pozo 4	2.24	-0.023	-0.022
	2.144	-0.023	-0.031
	1.724	-0.024	-0.036
pozo 5	0.82	-0.016	-0.034
	1.145	-0.017	-0.039
	1.29	-0.027	-0.04
<b>Media</b>	2.204	-0.0262	-0.02686667

**Tabla No. 7**

**14:00 pm**

	<b>altura 1</b>	<b>altura 2</b>	<b>altura 3</b>
<b>pozo 1</b>	2.201	-0.008	-0.026
	2.263	-0.003	-0.018
	2.102	0.009	-0.023
<b>pozo 2</b>	2.206	-0.001	-0.023
	2.253	-0.003	-0.025
	2.073	0.005	-0.017
<b>pozo 3</b>	2.215	0	-0.018
	2.243	-0.002	-0.024
	2.059	0.006	-0.025
<b>pozo 4</b>	2.232	0.004	-0.015
	2.253	-0.001	-0.023
	2.111	0.005	-0.024
<b>pozo 5</b>	2.227	-0.002	-0.006
	2.261	-0.006	-0.022
	2.116	0.008	-0.02
<b>Media</b>	2.187666667	0.000733333	-0.0206

**Tabla No. 8**

**16:40 pm**

	<b>altura 1</b>	<b>altura 2</b>	<b>altura 3</b>
<b>pozo 1</b>	0.902	-0.014	-0.029
	0.854	-0.012	-0.03
	1.216	-0.004	-0.03
<b>pozo 2</b>	1.497	-0.022	-0.028
	1.521	-0.02	-0.025
	1.839	-0.015	-0.013
<b>pozo 3</b>	2.124	-0.023	-0.008
	2.055	-0.017	-0.021
	2.27	0	-0.029
<b>pozo 4</b>	2.181	-0.004	-0.022
	1.875	0.001	-0.026
	1.861	-0.005	-0.027
<b>pozo 5</b>	2.024	-0.028	-0.007
	2.613	-0.027	-0.016
	2.945	-0.031	-0.024
<b>Media</b>	1.8518	-0.01473333	-0.02233333

**Tabla No. 9**

**18:30 pm**

	<b>altura 1</b>	<b>altura 2</b>	<b>altura 3</b>
<b>pozo 1</b>	1.04	0.01	-0.003
	1.101	0.005	-0.01
	1.172	0.004	-0.016
<b>pozo 2</b>	1.144	0.029	-0.018
	1.008	0.002	-0.017
	1.902	0.006	-0.025
<b>pozo 3</b>	1.854	0.004	-0.023
	2.005	0.006	-0.019
	2.281	0.005	-0.013
<b>pozo 4</b>	2.024	0.001	-0.021
	2.295	-0.014	-0.024
	2.27	-0.022	-0.013
<b>pozo 5</b>	1.521	-0.028	-0.011
	1.216	-0.004	-0.01
	2.613	-0.028	-0.029
<b>Media</b>	1.6964	-0.0016	-0.0168

**Tabla No. 10**

**19:45 pm**

	<b>altura 1</b>	<b>altura 2</b>	<b>altura 3</b>
<b>pozo 1</b>	1.525	-0.006	-0.023
	1.666	-0.004	-0.018
	1.614	-0.007	-0.021
<b>pozo 2</b>	1.425	-0.008	-0.022
	1.351	-0.01	-0.025
	1.501	-0.005	-0.03
<b>pozo 3</b>	1.325	-0.009	-0.019
	1.452	-0.004	-0.025
	1.445	-0.008	-0.02
<b>pozo 4</b>	1.489	-0.01	-0.022
	1.528	-0.012	-0.024
	1.457	-0.016	-0.025
<b>pozo 5</b>	1.545	-0.004	-0.025
	1.555	-0.002	-0.019
	1.572	-0.009	-0.024
<b>Media</b>	1.496666667	-0.0076	-0.0228

Las siguientes tablas muestran las temperaturas tomadas de cada pozo con cada una de las 3 alturas.

**Tabla no. 11**

	pozo 1	pozo 2	pozo 3	pozo 4	pozo 5
<b>altura 1</b>	2.674	2.736	2.7	2.24	0.82
	2.577	2.705	2.595	2.144	1.145
	2.559	2.729	2.422	1.724	1.29
	0.902	1.497	2.124	2.181	2.024
	0.854	1.521	2.055	1.875	2.613
	1.216	1.839	2.27	1.861	2.945
	1.04	1.144	1.854	2.024	1.521
	1.101	1.008	2.005	2.295	1.216
	1.172	1.902	2.281	2.27	2.613
	1.333	1.649	1.646	1.628	1.069
	1.321	1.345	1.36	1.363	1.38
	1.489	1.523	1.452	1.435	1.425
	2.201	2.206	2.215	2.232	2.227
	2.263	2.253	2.243	2.253	2.261
	2.102	2.073	2.059	2.111	2.116
	1.525	1.425	1.325	1.489	1.545
	1.666	1.351	1.452	1.528	1.555
	1.614	1.501	1.445	1.457	1.572
<b>media</b>	1.644944444	1.800388889	1.972388889	1.895	1.740944444
<b>desviación</b>	0.601600265	0.541245311	0.43439737	0.339251425	0.60448864
<b>varianza</b>	0.361922879	0.292946487	0.188701075	0.115091529	0.36540652

La tabla no. 11 muestra los resultados tomados durante la validación de la fuente de temperatura controlada a cero grados Celcius, en la altura 1.

**Tabla no. 12**

	<b>pozo 1</b>	<b>pozo 2</b>	<b>pozo 3</b>	<b>pozo 4</b>	<b>pozo 5</b>
<b>altura 2</b>	-0.026	-0.017	-0.03	-0.023	-0.016
	-0.031	-0.028	-0.035	-0.023	-0.017
	-0.032	-0.031	-0.033	-0.024	-0.027
	-0.014	-0.022	-0.023	-0.004	-0.028
	-0.012	-0.02	-0.017	0.001	-0.027
	-0.004	-0.015	0	-0.005	-0.031
	0.01	0.029	0.004	0.001	-0.028
	0.005	0.002	0.006	-0.014	-0.004
	0.004	0.006	0.005	-0.022	-0.028
	0.056	0.031	0.03	0.039	0.013
	0.019	0.014	0.031	0.03	0.02
	0.027	0.029	0.028	0.032	0.031
	-0.008	-0.001	0	0.004	-0.002
	-0.003	-0.003	-0.002	-0.001	-0.006
	0.009	0.005	0.006	0.005	0.008
	-0.006	-0.008	-0.009	-0.01	-0.004
	-0.004	-0.01	-0.004	-0.012	-0.002
	-0.007	-0.005	-0.008	-0.016	-0.009
<b>media</b>	<b>-0.00094444</b>	<b>-0.00244444</b>	<b>-0.00283333</b>	<b>-0.00233333</b>	<b>-0.00872222</b>
<b>desviación</b>	<b>0.021175658</b>	<b>0.019002236</b>	<b>0.020015435</b>	<b>0.019167988</b>	<b>0.018307201</b>
<b>varianza</b>	<b>0.000448408</b>	<b>0.000361085</b>	<b>0.000361085</b>	<b>0.000367412</b>	<b>0.000335154</b>

La tabla no. 12 muestra los resultados tomados durante la validación de la fuente de temperatura controlada a cero grados Celcius, en la altura 2.

**Tabla no. 13**

	<b>pozo 1</b>	<b>pozo 2</b>	<b>pozo 3</b>	<b>pozo 4</b>	<b>pozo 5</b>
<b>altura 3</b>	-0.008	-0.007	-0.034	-0.022	-0.034
	-0.004	-0.031	-0.039	-0.031	-0.039
	-0.007	-0.032	-0.039	-0.036	-0.04
	-0.029	-0.028	-0.008	-0.022	-0.007
	-0.03	-0.025	-0.021	-0.026	-0.016
	-0.03	-0.013	-0.029	-0.027	-0.024
	-0.003	-0.018	-0.023	-0.021	-0.011
	-0.01	-0.017	-0.019	-0.024	-0.01
	-0.016	-0.025	-0.013	-0.013	-0.029
	-0.026	-0.024	-0.022	-0.03	-0.026
	-0.006	-0.009	-0.008	0	-0.003
	-0.019	-0.018	-0.013	-0.017	-0.015
	-0.026	-0.023	-0.018	-0.015	-0.006
	-0.018	-0.025	-0.024	-0.023	-0.022
	-0.023	-0.017	-0.025	-0.024	-0.02
	-0.023	-0.022	-0.019	-0.022	-0.025
	-0.018	-0.025	-0.025	-0.024	-0.019
	-0.021	-0.03	-0.02	-0.025	-0.024
<b>media</b>	-0.01761111	-0.02161111	-0.02216667	-0.02233333	-0.02055556
<b>desviación</b>	0.009229995	0.007179537	0.009030992	0.007829056	0.01086398
<b>varianza</b>	8.51928E-05	5.15458E-05	8.15588E-05	6.12941E-05	0.00011802

La tabla no. 13 muestra los resultados tomados durante la validación de la fuente de temperatura controlada a cero grados Celcius, en la altura 3.

Los siguientes resultados son las medias de cada una de las alturas y de cada pozo para así poder sacar cual de las tres alturas es la ideal para poder tener una mejor y con mayor exactitud en la medición de la temperatura.

**Tabla No. 14**

	<b>altura 1</b>	<b>altura 2</b>	<b>altura 3</b>
<b>pozo 1</b>	1.644944444	-0.00094444	-0.01761111
<b>pozo 2</b>	1.800388889	-0.00244444	-0.02161111
<b>pozo 3</b>	1.972388889	-0.00283333	-0.02216667
<b>pozo 4</b>	1.895	-0.00233333	-0.02233333
<b>pozo 5</b>	1.740944444	-0.00872222	-0.02055556
<b>total 1</b>	9.053666667	-0.01727778	-0.10427778
<b>total 1^2</b>	81.96888011	0.000298522	0.010873855
<b>media</b>	1.810733333	-0.00345556	-0.02085556
<b>DS</b>	<b>0.128156976</b>	<b>0.003029536</b>	<b>0.0019423</b>
<b>var</b>	0.01642421	9.17809E-06	3.77253E-06

Como se puede observar la altura tres es la que tiene menor desviación estándar por lo que con ella se prosiguió a realizar el análisis de varianza en bloques aleatorios.<sup>(10)</sup>

**Tabla No. 15**

<b>c=</b>	5.318840593
<b>SST=</b>	11.14291855
<b>ss(tr)=</b>	0.021417396
<b>ss(bi)=</b>	11.07716999
<b>sse=</b>	0.044331248
<b>ftr=</b>	0.966243776
<b>Fbi=</b>	999.4909114
<b>fteo=</b>	0.991735537

donde:

$c$  = término de corrección,

$SST$  = suma de cuadrados totales

$SS(Tr)$  = suma de cuadrados de tratamiento,

$SS(b)$  = suma de cuadrados de bloque,

$SSE$  = suma de cuadrados del error

$f_{tr}$  =  $F$  para tratamientos,

$F_{bl}$  =  $F$  para bloques,

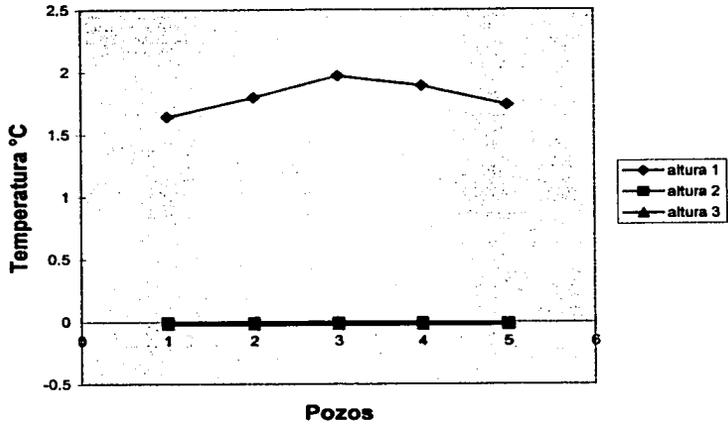
$F_{teo}$  =  $F$  teorica.

Tratamiento = pozos

Bloque = altura

Y así se puede observar que no es significativo.

### Alturas VS Pozos



Gráfica #1

**Tabla No. 16**

		12:25	4:40	18:30	10:15	14:00	19:45
		altura 3					
	pozo1	-0.008	-0.029	-0.003	-0.026	-0.026	-0.023
		-0.004	-0.03	-0.01	-0.006	-0.018	-0.018
		-0.007	-0.03	-0.016	-0.019	-0.023	-0.021
	pozo2	-0.007	-0.028	-0.018	-0.024	-0.023	-0.022
		-0.031	-0.025	-0.017	-0.009	-0.025	-0.025
		-0.032	-0.013	-0.025	-0.018	-0.017	-0.03
	pozo3	-0.034	-0.008	-0.023	-0.022	-0.018	-0.019
		-0.039	-0.021	-0.019	-0.008	-0.024	-0.025
		-0.039	-0.029	-0.013	-0.013	-0.025	-0.02
	pozo4	-0.022	-0.022	-0.021	-0.03	-0.015	-0.022
		-0.031	-0.026	-0.024	0	-0.023	-0.024
		-0.036	-0.027	-0.013	-0.017	-0.024	-0.025
	pozo5	-0.034	-0.007	-0.011	-0.026	-0.006	-0.025
		-0.039	-0.016	-0.01	-0.003	-0.022	-0.019
		-0.04	-0.024	-0.029	-0.015	-0.02	-0.024
	<b>Media</b>	-0.0269	-0.022	-0.017	-0.0157	-0.021	-
							0.0228
	<b>total de suma de x</b>	-0.403	-0.335	-0.252	-0.236	-0.309	-0.342
	<b>varianza</b>	0.00018	6E-05	5E-05	8E-05	3E-05	1E-05
	<b>Desviación Estándar</b>	0.0135	0.0078	0.007	0.0091	0.0052	0.0031

Como la altura tres es la ideal para obtener una mayor exactitud, después con ella se realizó otro análisis de varianza pero solo con la altura tres y las diferentes horas del día.

**Tabla No. 17**

	12:25	4:40	18:30	10:15	14:00	19:45
<b>pozo1</b>	-0.019	-0.089	-0.029	-0.051	-0.067	-0.062
<b>pozo2</b>	-0.07	-0.066	-0.06	-0.051	-0.065	-0.077
<b>pozo3</b>	-0.112	-0.058	-0.055	-0.043	-0.067	-0.064
<b>pozo4</b>	-0.089	-0.075	-0.058	-0.047	-0.062	-0.071
<b>pozo5</b>	-0.113	-0.047	-0.05	-0.044	-0.048	-0.068
<b>total</b>	-0.403	-0.335	-0.252	-0.236	-0.309	-0.342
<b>total^2</b>	0.16241	0.1122	0.064	0.0557	0.0955	0.117
<b>media</b>	-0.0806	-0.067	-0.05	-0.0472	-0.062	-0.0684

Con las medias de todos los pozos y las diferentes horas del día indicados en esta tabla, se realizó el siguiente análisis de variancia. (observado en la tabla número 18)

**Tabla No. 18**

<b>c=</b>	0.037250962
<b>SST=</b>	13.91922238
<b>ss(tr)=</b>	0.351436819
<b>ss(bl)=</b>	0.185066387
<b>sse=</b>	13.38271917
<b>fr=</b>	0.052520988
<b>Fbl=</b>	0.055315033
<b>fteo=</b>	0.991735537

donde:

$c$  = término de corrección,

SST= suma de cuadrados totales

SS(Tr)= suma de cuadrados de tratamiento,

SS(bl)= suma de cuadrados de bloque,

SSE= suma de cuadrados del error

$f_{tr}$  = F para tratamientos,

$F_{bl}$  = F para bloques,

$F_{teo}$  = F teorica.

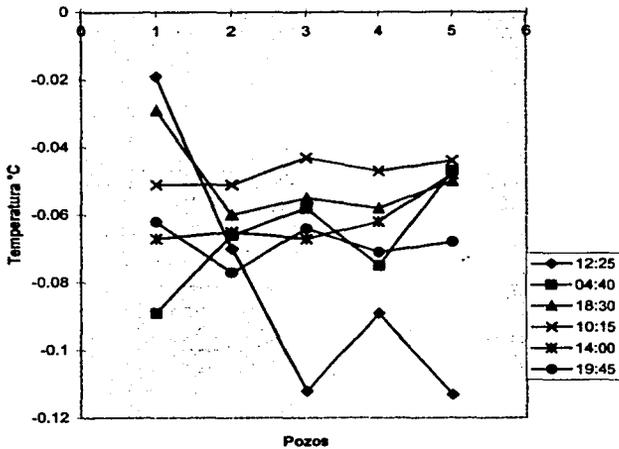
Tratamiento = pozos

Bloque = altura

Y se observa que tampoco es significativo.

Teniendo la siguiente Gráfica

**Pozos VS Temperatura A diferentes Horas del Día**



Ahora para saber en que altura hay que sumergir el termómetro al ser calibrado se realizó un análisis de hipótesis relativas a dos medias, con el cual se puede saber comparando dos medias y observar si son iguales o comparables o si no lo son los datos experimentales de dos poblaciones. Y las alturas que se usaron fueron 2 y 3, las temperaturas fueron cambiadas a Kelvin (para que todas sean positivas) los resultados obtenidos se muestran en la tabla #19:

altura2	altura3
273.124	273.142
273.119	273.146
273.118	273.143
273.136	273.121
273.138	273.12
273.146	273.12
273.16	273.147
273.155	273.14
273.154	273.134
273.206	273.124
273.169	273.144
273.177	273.131
273.142	273.124
273.147	273.132
273.159	273.127
273.144	273.127
273.146	273.132
273.143	273.129
273.133	273.143
273.122	273.119
273.119	273.118
273.128	273.122
273.13	273.125
273.135	273.137
273.179	273.132
273.152	273.133
273.156	273.125
273.181	273.126
273.164	273.141
273.179	273.132
273.149	273.127
273.147	273.125
273.155	273.133
273.142	273.128
273.14	273.125
273.145	273.12
273.12	273.116
273.115	273.111
273.117	273.111
273.127	273.142
273.133	273.129
273.15	273.121
273.154	273.127
273.156	273.131

273.155	273.137
273.18	273.128
273.181	273.142
273.178	273.137
273.15	273.132
273.148	273.126
273.156	273.125
273.141	273.131
273.146	273.125
273.142	273.13
273.127	273.128
273.127	273.119
273.126	273.114
273.146	273.128
273.151	273.124
273.145	273.123
273.151	273.129
273.136	273.126
273.128	273.137
273.189	273.12
273.18	273.15
273.182	273.133
273.154	273.135
273.149	273.127
273.155	273.126
273.14	273.128
273.138	273.126
273.134	273.125
273.134	273.116
273.133	273.111
273.123	273.11
273.122	273.143
273.123	273.134
273.119	273.126
273.122	273.139
273.146	273.14
273.122	273.121
273.163	273.124
273.17	273.147
273.181	273.135
273.148	273.144
273.144	273.128
273.158	273.13
273.146	273.125
273.148	273.131

273.141	273.126
---------	---------

Tabla

#19

De los datos anteriores ya en Kelvin se realizo un riesgo del 1% en ambas alturas.

riesgo =	1%	
	altura2	altura3
n° datos =	90	90
media =	273.146544	273.129144
	+/-	+/-
incertidumbre =	0.00535695	0.00246613
desv. stdr. =	0.01930719	0.00888827
coef. de variación % =	0.00706844	0.00325424
t de student =	2.632205	2.632205
moda =	273.146	273.125
mediana =	273.146	273.128
media geométrica =	273.146544	273.129144
variancia =	0.00037277	7.9001E-05

1<sup>er</sup> Grupo de datos: altura2

Hipótesis sobre las medias, comparación contra un valor cierto

media estimada= 273.146544 , riesgo  $\alpha$  = 0.01

Ho:  $\mu = 273.15$

Posibles hipótesis alternas:	t de Student	t de tablas	Resultado:	Decisión:
H1: media < 273.15	-1.6979308	-2.36897904	igual	Aceptar Ho
H1: $\mu \neq 273.15$	-1.6979308	2.632205	igual	Aceptar Ho

2<sup>o</sup> Grupo de datos: altura3

Hipótesis sobre las medias, comparación contra un valor cierto

media estimada= 273.129144 , riesgo  $\alpha$  = 0.01

Ho:  $\mu = 273.15$

Posibles hipótesis alternas:	t de Student	t de tablas	Resultado:	Decisión:
H1: media < 273.15	-22.2600334	-2.36897904	inferior	Rechazar Ho
H1: $\mu \neq 273.15$	-22.2600334	2.632205	diferente	Rechazar Ho

## V. ANÁLISIS DE RESULTADOS



## **ANÁLISIS DE RESULTADOS**

En las tablas 5, 6,7,8,9 y 10 se mostraron todos los datos obtenidos en las diferentes horas del día, en cada una de ellas las medidas en los diferentes pozos del baño a temperatura 0° C y en las tres diferentes alturas del termómetro patrón, ahí se sacaron a cada altura las medias.

En la tabla 11, se separaron la altura 1 con cada uno de sus cinco pozos, ahí tenemos que en cualquiera de los pozos da una temperatura muy por arriba de cero ° C , esto se debe a que el resto del termómetro esta descubierto y le afecta la temperatura externa, y como esta el baño expuesto al medio ambiente hay intercambio de calor y pérdida de frío; en la tabla 12 se separaron todas las temperaturas de la altura 2 con sus cinco respectivos pozos, al igual que la tabla 13 para la altura 3, y en estas dos en cambio las temperaturas están cercanas a cero o mas bien son casi cero, ya que se encuentran a mayor profundidad y tienen mayor capas de hielo encima También se pudo observar que haciendo 3 repeticiones a las 3 diferentes alturas en cada uno de los 5 pozos, cambiando el RTD dejándolo estabilizar por 10 minutos y reposar 30 segundos entre lectura y lectura, en la altura 1 la desviación estándar es muy grande a comparación de las otras dos alturas.

En la tabla 14 se sacaron todas las medias de cada una de las alturas en cada uno de los pozos para así sacar el análisis de varianza de la altura que tenía

menor desviación estándar, que en este caso fue la altura tres, que se muestra en la tabla 15; donde en esta tabla por un análisis de varianza se puede observar que no es significativo, ya que la F teórica es mayor que la experimental.

Después mostramos la gráfica # 1 donde se graficaron las variables temperatura contra pozos de cada una de las 3 alturas y ahí se muestra claramente lo mencionado anteriormente que la altura 1 no es buena para usarla al calibrar los termómetros de líquido en vidrio.

En la tabla 16, se mostró todas las horas del día utilizando solo la altura 3 por que no es significativa, ahora estadísticamente se utilizaron las medias de la tabla 17 para hacer otro análisis de varianza ; y esto se hizo para ver si hay diferencia significativa entre las medias de la altura 3 contra las diferentes horas del día: 10:00, 12:00,14:00,16:00,18:00,20:00, esto se ve en la tabla 18; para así obtener cual de ellas era mejor para realizar la calibración de termómetros de liquido en vidrio, pero los resultados del análisis de varianza nos arrojó que no hay diferencia significativa. O sea que a cualquier hora es buena para la calibración.

Se realizó una segunda gráfica donde se grafican la temperaturas contra los diferentes pozos a las diferentes horas del día y se ve que todas las temperaturas están alrededor de cero.

Y por último se realizó una prueba de hipótesis relativa a dos medias para así comparar los resultados experimentales de la altura dos con la tres y ver si son

iguales o arrojan resultados comparables. Esto se hizo para ver a cual de esas dos alturas es recomendable sumergir el termómetro de líquido en vidrio a calibrar; y se observó que la altura 2 es mejor que la tres, ya que la 2 da temperaturas mas cercanas a cero y la tres las da por debajo.

Por lo tanto la mejor altura para introducir los termómetros de líquido en vidrio a calibrar es la altura 2 utilizando el RTD en la altura 3.

## VI. CONCLUSIONES



## CONCLUSIONES

Y así en esta era que vivimos del mercado global, es imperativo que el método de evaluación, expresión de la incertidumbre y calibración de termómetros sea uniforme en todo el mundo, de modo que las mediciones realizadas en diferentes países puedan ser comparadas fácilmente y así medir correctamente puntos críticos.

En una industria farmacéutica se tienen que llevar estrictos controles en lo que se refiere a las mediciones de temperatura, por ejemplo: control en proceso, la calibración trimestral de los termómetros, así como los cuidados en su almacenamiento y uso, que todo esté documentado adecuadamente. En el área de calibración debe de tener todos los instrumentos de calibración validados como en este caso la fuente de temperatura.

Se implementó un sistema de calibración de termómetros de líquido en vidrio, validando la fuente de temperatura controlada a cero grados celsius usando el método de comparación con un termómetro patón RTD.

Con ésta tesis se está contribuyendo en el proceso de evaluar la calidad en las mediciones de temperatura en los laboratorios de la Facultad de Química, ya que con ella se tiene un mejor aprendizaje y entendimiento sobre el uso, manejo,

sus regulaciones y calibración de termómetro de líquido en vidrio ( que son los mas usados en la industria farmacéutica, y en la docencia). También se desarrollo una metodología de la fuente de temperatura a cero grados celsius con la cual se optimizó la calibración de dichos termómetros.

Se aplicaron todas las recomendaciones en la implementación de un sistema de calidad en la calibración de termómetros de líquido en vidrio.

Llegamos a la conclusión que cualquier hora del día (10:00, 12:00,14:00,16:00,18:00,20:00) a la cual se realizó la validación de la fuente de temperatura es buena para realizar la calibración de los termómetros de líquido en vidrio ya que no le afecta la temperatura externa. También que cualquier pozo puede ser usado a la altura tres del RTD y a la dos del termómetro a calibrar.

Con la altura 3 es mejor para usar el termómetro patrón, ya que tenemos mejor exactitud en las mediciones, pero como los termómetros de líquido en vidrio se usan a diferente profundidad, se realizó un análisis de hipótesis relativas a dos medias para observar a que altura es mejor sumergir el termómetro a calibrar y se concluyó que la mejor es la 2 ya que a un nivel de significancia de 0.01% es muy preciso, pero con mayor dispersión de datos, en cambio a la altura 3 el porcentaje de significancia es de 0.05%, los datos son más parejos pero se encuentran por debajo de cero grados Celsius.

Siempre hay que recordar todos los datos mencionados en esta tesis para el manejo de los termómetros, que siempre estén calibrados, y los errores de paralaje en el momento de la lectura.

Si se llega a usar la columna emergente recordar que es importante para cuestiones críticas en el termómetro y caracterizarlo bien para así tener confianza en la lectura para un proceso de la industria farmacéutica.

## VII. BIBLIOGRAFÍA



UNIVERSIDAD NACIONAL  
ACYNENA



### **Bibliografía 1**

1. González González Carlos y Zeleny Vázquez José Ramón; Metrología; Mc GrawHill. México D.F. 1995. Pp. XV

### **Bibliografía 2**

ISO 9001:2000 Sistemas de Calidad- Modelo para el Aseguramiento de la Calidad en Diseño, Desarrollo, Producción, Instalación y Servicio.

### **Bibliografía 3**

ISO 10012-1:1992 (NMX-CC-017/1:1995 IMNC) Requisitos de aseguramiento de la calidad para equipo de medición. Parte 1: Sistema de confirmación metrológica para equipo de medición.

### **Bibliografía 4**

Guía para la Expresión de la Incertidumbre de Medida. Versión Española 1ª Edición Junio de 1998. Ministerio de Fomento. Centro Español de Metrología.

### **Bibliografía 5**

Flores Miranda , José Rivelino; Tesis Propuesta de un Modelo para la Calibración de Balanzas del Laboratorio de Tecnología Farmacéutica. 1998.

### **Bibliografía 6**

Ley Federal sobre Metrología y Normalización. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. México, 1997.

### **Bibliografía 7**

ISO/IEC FDIS17025- General Requeriments for the Competence of Testing and Calibration Laboratories. 1999.

### **Bibliografía 8**

Reporte Técnico CNM-MET.PT-0005, Termometria de líquido en capilares de vidrio. Lic. Martínez López Enrique, M en C. Valencia Rodriguez Jaime. CENAM. Los Cués, Querétaro, México. 1994.

### **Bibliografía 9**

NOM 011-SCFI-1993. " Instrumentos de Medición- Termómetros de líquido en vidrio para usos generales"

### **Bibliografía 10**

Miller, Irwin R., Freund Jonh E.; Johnson Richard; Probabilidad y Estadística para Ingenieros. 4ª Edición Prentice Hall 1992.

### **Bibliografía 11**

H. Preston Thomas The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90) Canada Otawa. 1989.

**Bibliografía 12**

**MEXICO - ENVIRONMENTAL TESTING & LABORATORY SVCS. - ISA990201**