



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
ZARAGOZA**

“COMO CORREGIR Y CALIBRAR EN LA INDUSTRIA  
FARMACÉUTICA TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO,  
MANÓMETROS Y VACUÓMETROS”

**T E S I S**  
**PARA OBTENER EL TÍTULO DE**

**QUÍMICA FARMACÉUTICO BIOLÓGICA**

**P R E S E N T A :**

**MÓNICA RUIZ ALVAREZ**

**ASESOR: Q.F.B. MARÍA DE LOURDES ESTRADA MAYA**  
**DIRECTOR: M. EN C. RODOLFO CARREÓN SÁNCHEZ**





Universidad Nacional  
Autónoma de México



**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.

Dedicado a:

Alicia Alvarez García mi madre y  
Carlos Arturo Ruiz Alvarez mi hijo

Mi agradecimiento por la colaboración a este trabajo a:

Gerardo Hernández, José Antonio Dueñas, Blanca Estela Ruiz,  
Cecilia Ruiz, Armando A. Ruiz, Hilda Ruiz, Rodolfo Carreón, María de  
Lourdes Estrada, Gwendolyne Pérez y Martha Pantiga

## TABLA DE CONTENIDO

	Página
<b>DEDICATORIAS</b>	
<b>AGRADECIMIENTOS</b>	
<b>1. GLOSARIO</b>	1
<b>2. INTRODUCCIÓN</b>	7
<b>3. MARCO TEÓRICO</b>	8
<b>3.1. Antecedentes Históricos</b>	8
<b>3.2. El Laboratorio de Metrología</b>	12
<b>3.2.1. La Metrología Legal</b>	12
<b>3.2.2. La Metrología Industrial</b>	15
<b>3.3. La Necesidad de la Calibración</b>	21
<b>3.4. La Presión</b>	22
<b>3.4.1. Generalidades</b>	22
<b>3.4.2. Los Instrumentos de Medición de Presión</b>	25
<b>3.4.3. La Calibración de Instrumentos de Medición de Presión</b>	30
<b>3.4.4. Los Análisis de Incertidumbre en la Medición de Presión</b>	31
<b>3.5. La Temperatura</b>	33
<b>3.5.1. La Definición</b>	33
<b>3.5.2. La Descripción General de Termómetros de Líquido en Vidrio</b>	34
<b>3.5.3. Las Características de los Termómetros de Líquido en Vidrio</b>	35
<b>3.5.4. Los Termómetros de Resistencia como Patrones para la Calibración</b>	38
<b>3.5.5. Los Métodos de Calibración</b>	40
<b>3.5.6. Las Principales Fuentes de Error</b>	46
<b>4. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</b>	55
<b>5. HIPÓTESIS</b>	56
<b>6. OBJETIVOS</b>	57
<b>7. MATERIAL Y MÉTODOS</b>	58
<b>7.1. Los Materiales</b>	58

7.1.1. Los Manómetros y Vacuómetros	58
7.1.2. Los Termómetros de Líquido en Vidrio	59
7.2. El Método	61
7.2.1. La Calibración de Manómetros y Vacuómetros	61
7.2.2. La Calibración de los Termómetros de Líquido en Vidrio	67
8. RESULTADOS	72
8.1. La Calibración de Manómetros	72
8.2. La Calibración de Vacuómetros	75
8.3. La Calibración de Termómetros de Inmersión Parcial y Total	78
9. DISCUSIÓN	86
10. CONCLUSIONES	88
11. PROPUESTAS Y RECOMENDACIONES	89
12. ANEXOS	91
12.1. Anexo 1	91
12.2. Anexo 2	92
13. REFERENCIAS	93

## 1. GLOSARIO

**Ajuste (de un instrumento de medición):** Operación de llevar un instrumento de medición a un estado de funcionamiento adecuado para su uso.

**Calibración:** Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicada por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones.

**Catetómetro:** m. Fís. Instrumento para medir diferencias de alturas con mucha precisión.

**Corrección:** Valor agregado algebraicamente al resultado no corregido de una medición para compensar un error sistemático.

**Detector:** Dispositivo o sustancia que indica la presencia de un fenómeno sin que necesariamente proporcione un valor de una magnitud asociada.

**Desviación:** Valor menos su valor de referencia.

**Desviación estándar experimental:** Para una serie de  $n$  mediciones del mismo mensurando, es la magnitud  $s$  que caracteriza la dispersión de los resultados.

**Escala (de un instrumento de medición):** Conjunto ordenado de marcas, con una numeración asociada, que forma parte de un dispositivo indicador de un instrumento de medición.

**Error aleatorio:** Resultado de una medición menos la media que resultaría de un número infinito de mediciones del mismo mensurando realizadas bajo condiciones de repetibilidad.

**Error de medición:** Resultado de un mensurando menos un valor verdadero del mensurando.

**Error relativo:** Error de medición dividido por un valor verdadero del mensurando.

**Error sistemático:** Media que resultaría de un número infinito de mediciones del mismo mensurando

---

realizadas bajo condiciones de repetibilidad menos un valor verdadero del mensurando.

**Exactitud de medición:** Proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y un valor verdadero del mensurando.

**Incertidumbre de medición:** Parámetro asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mensurado.

**Indicación (de un instrumento de medición):** Valor de una magnitud proporcionada por un instrumento de medición.

**Instrumento de medición:** Dispositivo destinado a ser utilizado para hacer mediciones sólo o en conjunto con dispositivos complementarios.

**Laboratorio:** Organismo que proporciona servicios de calibración.

**Laboratorio de calibración:** Laboratorio que proporciona servicios de calibración a instrumentos o patrones de medición.

**Magnitud (medible):** Atributo de un fenómeno, cuerpo o sustancia que puede ser distinguido cualitativamente y determinado cuantitativamente.

**Magnitud de influencia:** Magnitud que no es el mensurando pero que afecta el resultado de la medición.

**Medida materializada:** Medida destinada a reproducir o suministrar, de una manera permanente durante su uso, uno o más valores conocidos de una magnitud dada.

**Material de referencia:** Un material o sustancia en la que una, o más, de sus propiedades están suficientemente bien establecidas para ser usadas en la calibración de un aparato, la evaluación de un método de medición o la asignación de valores a otros materiales o sustancias.

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

**Mensurando:** Magnitud particular sujeta a medición.

**Método de calibración:** Procedimiento técnico definido para realizar una calibración.

**Método de medición:** Secuencia lógica de operaciones, descrita de manera genérica, utilizada en la ejecución de las mediciones.

**Metrología:** Ciencia de la medición.

**MPa:** Megapascal.

**Patrón de referencia:** Un patrón, generalmente de la más alta exactitud disponible y de la cual se derivan las mediciones realizadas por un laboratorio.

**Presión relativa:** Es la presión absoluta – la presión barométrica.

**Presión absoluta:** Es la suma de la presión barométrica + presión absoluta relativa.

**Precisión:** Aptitud de un instrumento de medición para proporcionar indicaciones próximas a un valor determinado por aplicaciones repetidas del mismo mensurando bajo las mismas condiciones de medición.

**Procedimiento de medición:** Conjunto de operaciones, descrito específicamente, para realizar mediciones particulares de acuerdo a un método determinado.

**Repetibilidad (de resultados de mediciones):** Proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mensurando realizadas bajo las mismas condiciones de medición.

**Reproducibilidad (de resultados de mediciones):** Proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones del mismo mensurando realizadas bajo condiciones de medición.

**Resultado de la medición:** Valor atribuido a un mensurado, obtenido por medición.

**Resultado corregido:** Resultado de una medición después de la corrección por error sistemático.

**Resultado no corregido:** Resultado de una medición antes de la corrección por error sistemático.

**Sensor:** Elemento de un instrumento de medición o cadena de medición que está sometida directamente a la acción del mensurando.

**Señal de medición:** Magnitud que representa al mensurado y con el cual está funcionalmente relacionado.

**Sistema Internacional de Unidades, SI:** El sistema coherente de unidades adoptado y recomendado por la

Conferencia General de Pesas y Medidas (CGPM).

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

**Trazabilidad:** La propiedad del resultado de una medición que puede ser relacionado a patrones apropiados, generalmente nacionales o internacionales, a través de una cadena ininterrumpida de comparaciones.

## INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN

**Conservación de un patrón (de medición):** Conjunto de operaciones necesarias para preservar las características metrológicas de un patrón de medición dentro de los límites apropiados.

**Deriva:** Variación lenta de una característica metrológica de un instrumento de medición.

**Elemento elástico:** Dispositivo de sección transversal elíptica o circular sellado en uno de sus extremos, o de membranas simples de placa o fuelle, que sufre deformación por efecto de la presión ejercida por el fluido manométrico en las paredes internas de los mismos.

**Error (de indicación) de un instrumento de medición:** Indicación de un instrumento de medición menos un valor verdadero de la magnitud de entrada correspondiente.

**Errores máximos tolerados de un instrumento de medición: límites de los errores tolerados (de un instrumento de medición):** Valores extremos de un error permitido (tolerado) por las especificaciones, regulaciones, etc. para un instrumento de medición determinado.

**Error en el punto de control (de un instrumento de medición):** Error de un instrumento de medición para una indicación especificada o para un valor especificado del mensurando, elegido para la verificación del instrumento.

**Exactitud (de un instrumento de medición):** Aptitud de un instrumento de medición para dar respuestas próximas al valor verdadero.

**Fluido manométrico:** Líquido o gas que se utiliza para transmitir la presión que se mide.

**Incertidumbre:** Estimación que caracteriza el intervalo de valores dentro de los cuales se encuentra el valor verdadero de la magnitud medida.

**Líquido termométrico humectante:** Por ejemplo toluol, pentano y petróleo.

**Líquido termométrico no humectante:** Por ejemplo mercurio y aleación de mercurio y talio.

**Patrón (de medición):** Medida materializada, instrumento de medición, material de referencia o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.

**Patrón internacional (de medición):** Patrón reconocido por el acuerdo internacional para utilizarse internacionalmente como base para asignar valores a otros patrones de la magnitud concerniente.

**Patrón nacional (de medición):** Patrón reconocido por una decisión nacional en un país, que sirve de base para asignar valores a otros patrones de la magnitud concerniente.

**Patrón primario:** Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

**Patrón secundario:** Patrón cuyo valor es establecido por comparación con un patrón primario de la misma magnitud.

**Patrón de referencia:** Patrón en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada de la cual se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

**Patrón de trabajo:** Patrón que es usado rutinariamente para calibrar o controlar las medidas materializadas, instrumentos de medición o los materiales de referencia.

**Patrón de transferencia:** Patrón utilizado como intermediario para comparar patrones.

**Patrón viajero:** Patrón algunas veces de construcción especial destinado a ser transportado a distintos lugares.

**Repetibilidad:** Aptitud de un instrumento de medición para proporcionar indicaciones próximas entre sí

por aplicaciones repetidas del mismo mensurando bajo las mismas condiciones de medición.

**Resolución (de un dispositivo indicador):** La diferencia más pequeña entre las indicaciones de un dispositivo indicador que puede ser distinguido significativamente.

**Sensibilidad:** Cambio en la respuesta de un instrumento de medición dividido por el correspondiente cambio de estímulo (umbral de) movilidad: la variación más grande en la señal de entrada que no provoca una variación detectable de la respuesta de un instrumento de medición, siendo la variación de la señal de entrada lenta y monótona.

**Termopares:** Son dispositivos para la medición de temperatura que consiste en un circuito compuesto por dos alambres diferentes, por el que fluye una corriente cuando las uniones están sujetas a diferente temperatura. No existe una teoría satisfactoria para predecir el comportamiento de la fuerza electromotriz (f.e.m.) de un termopar con la temperatura, sin embargo se ha encontrado que para muchos tipos de termopares en un amplio intervalo de temperaturas de la f.e.m varía cercanamente en una función cuadrática con la temperatura, o sea:

$$E_{AB}=a+bT+cT^2$$

En tal caso  $E_{AB}$  se determina solamente midiendo tres temperaturas, con el que un termopar queda calibrado completamente.

**Tiempo de respuesta:** Intervalo de tiempo que comprende el instante en el cual una señal de entrada es sometida a un cambio brusco especificado y el instante en el cual la señal de salida alcanza dentro de límites especificados un valor en régimen estable y sostenido.

**Trazabilidad:** Propiedad del resultado de una medición o del valor del patrón por la cual puede ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas, incertidumbres determinadas.<sup>1-9,13, 20, 26-27,29-31</sup>

## 2 INTRODUCCIÓN

En la industria farmacéutica es un requisito que los instrumentos de medición estén calibrados de acuerdo a la NOM-059-SSAI-2006 para garantizar que las mediciones sean confiables.

Actualmente existen laboratorios dedicados exclusivamente a realizar calibraciones pero el costo por el servicio es elevado, por lo que muchos laboratorios han optado por implementar sus propios Laboratorios de Metrología para realizar las calibraciones de sus instrumentos de medición, por lo que el presente trabajo es una guía sencilla, práctica y de bajo costo de implementar un sistema de calibración de termómetros de líquido en vidrio, manómetros y vacuómetros para corregir las mediciones de estos instrumentos en un laboratorio secundario que tienen un papel fundamental en la fabricación de medicamentos de acuerdo a la normatividad vigente.

## 3 MARCO TEÓRICO

### 3.1 ANTECEDENTES HISTÓRICOS

Desde sus inicios, el hombre ha tenido la necesidad de medir prácticamente todo, desde el tiempo transcurrido para el inicio de cada temporada, así como el número necesario de individuos para cazar un determinado número de animales que proporcionarán suficiente comida a una familia o a un clan, siempre comparando las condiciones que ocurrían a su alrededor siendo este el inicio de las mediciones.

En la mayoría de las primeras civilizaciones las necesidades económicas para hacer mediciones cuantitativas, por ejemplo de áreas de tierras, cantidades de comida, agua y materiales, para establecer escalas de tiempo y calendarios confiables, condujeron en un principio a la introducción de sistemas de conteo, expresión de números, de diversas mediciones y sistemas de medición para una gran variedad de propósitos. En la actualidad el hombre ha logrado establecer patrones reproducibles de alta exactitud para satisfacer sus necesidades de medición.

La Metrología juega un papel esencial en la actividad humana de un país: La igualdad en las transacciones de una nación industrializada necesita de una infraestructura metrológica sólida que establezca y mantenga los patrones de las magnitudes físicas con un grado razonable de exactitud y de confiabilidad de las mediciones.

La Metrología es uno de los elementos necesarios para producir bienes de calidad, entendiéndose como tales los que satisfacen completamente los requerimientos del consumidor. Lo cual hace bastante tiempo lo entendieron y practicaron los países que en los momentos actuales están a la vanguardia del desarrollo. La desaparición de los mercados domésticos cautivos, la apertura de fronteras de libre comercio, la necesidad de ganar mercados externos para superar la crisis económica hizo que muchos

países miraran con interés a la metrología como un elemento básico indispensable que le permitirá el mejoramiento de su producción y la competitividad de sus productos tanto en el mercado interno como en el externo.

Así en México, el ingreso al GATT (actualmente la Organización Mundial de Comercio) y posteriormente el Tratado de Libre Comercio con Norteamérica vino a dar un fuerte impulso a la metrología nacional dado que es la parte de la infraestructura que es requerida por la industria mexicana para producir con calidad y poder hacer frente con éxito a las exigencias normativas de los países compradores.

Con el ímpetu de las circunstancias, esta época ha visto el nacimiento del Sistema Nacional de Calibración y una etapa importante ha quedado plasmada en los anales de la metrología científica nacional ya que el proyecto y diseño de un laboratorio cúpula de alto nivel ha finalizado y dado lugar en 1991, a la instalación del Centro Nacional de Metrología (CENAM) como laboratorio primario del Sistema.

Dentro de las importantes disposiciones legislativas que se han publicado, resalta últimamente la Ley Federal sobre Metrología y Normalización firmada el 18 de junio de 1992, que contiene una regulación moderna sobre la materia de las mediciones en el país. Estas reformas tienen la finalidad de privatizar algunas actividades del gobierno federal en materia de metrología, normalización y del control de calidad de la producción nacional, estableciéndose el acreditamiento como reconocimiento a la capacidad técnica de los organismos que las realizan, otorgado por una nueva figura legal, las Entidades Mexicanas de Acreditamiento. La aprobación de los organismos acreditados podrá concederse por las dependencias oficiales correspondientes. Actualmente la Entidad Mexicana de Acreditamiento (EMA), reconocida por el gobierno federal otorga a través de comités y grupos de trabajo integrados principalmente por evaluadores el acreditamiento a las entidades físicas o morales, para desempeñarse como laboratorios de metrología, laboratorios de pruebas, organismos de certificación y unidades de verificación tanto en el campo de la metrología como en la calidad de productos y servicios. El órgano rector de este nuevo esquema es la Comisión Nacional de Normalización. En las figuras 1- 4 se nos muestra la historia de la legislación así como algunas recomendaciones de escritura.<sup>24</sup>

**SINÓPSIS HISTÓRICA DE LA LEGISLACIÓN SOBRE METROLOGÍA EN MÉXICO.**

Ley sobre Pesas y Medidas de 1895	Adopta el Sistema Métrico Internacional de Pesas y Medidas
Ley sobre Pesas y Medidas de 1905	Fija el precio de las mercancías en función de las Unidades de medida.
Ley sobre Pesas y Medidas de 1905 (Porfirio Díaz)	Establece una incipiente cadena metrológica teniendo como origen los patrones nacionales.
Ley General de Normas y de Pesas y Medidas de 1961 (Gustavo Díaz Ordaz)	Conjunta las actividades de metrología, normalización, verificación y control de la calidad.
Ley Federal sobre Metrología y Normalización de 1988 (Miguel de la Madrid Hurtado)	Establece y eleva a rango de Ley, el Centro de Normalización Nacional de Metrología, el Sistema Nacional de Calibración y el Sistema Nacional de Acreditamiento de Laboratorios de pruebas.
Ley Federal sobre Metrología y Normalización de 1992 (Carlos Salinas de Gortari)	Modifica procedimientos y funciones de la Normalización de 1992 organismos antes citados.
Reformas a la Ley Federal sobre Metrología y Normalización de 1997. (Ernesto Zedillo Ponce de León)	Se reforma en 1996 y se vuelve a reformar en 1997; ambas reformas bajo la administración del presidente Ernesto Zedillo Ponce de León. Se instaura la figura de la Entidad Mexicana de Acreditación (EMA) bajo la autoridad de la Comisión Nacional de Normalización.

**FIGURA 1. LEYES**

Magnitud	Unidad	Símbolo
Longitud	metro	m
Masa	kilogramo	kg
Tiempo	segundo	s
Corriente eléctrica	ampere	A
Temperatura termodinámica	kelvin	K
Intensidad luminosa	candela	cd
Cantidad de sustancia	mol	mol

FIGURA 2. MAGNITUDES, NOMBRES Y SÍMBOLOS DE LAS UNIDADES BÁSICAS

### RECOMENDACIONES SOBRE LAS REGLAS DE ESCRITURA

Regla	Enunciado	Ejemplo
Signo decimal	El signo decimal debe ser una coma sobre la línea (.). Si la magnitud de un número es menor que la unidad, el signo decimal debe ser precedido por un cero.*	70,250 0,468
Números	Los números deben de ser impresos generalmente en tipo romano (recto), para facilitar la lectura con varios dígitos, estos deben ser separados en grupos, preferentemente de tres, contando del signo decimal a la derecha y a la izquierda. Los grupos deben ser separados por un espacio, nunca por una coma, un punto u otro medio, en los números de cuatro cifras se puede omitir ese espacio	943,056 7 801 234.539 0,542

FIGURA 3. REGLAS PARA LA ESCRITURA DEL SIGNO DECIMAL Y LOS NÚMEROS

\* **Nota:** La Norma Oficial Mexicana NOM-008-SCFI-1993\* (NOM: Norma Oficial Mexicana) (SCFI: Secretaría de Comercio y Fomento Industrial), establece como separador decimal la coma. La Norma Internacional ISO-31 parte 0:1992 (ISO: Internacional Standard Organization por sus siglas en inglés) reconoce que en el idioma inglés se usa

frecuentemente el punto pero de conformidad con la decisión del Consejo de la ISO, se acepta exclusivamente la coma como separador decimal en todos los documentos ISO.

En la resolución 10 de la 22a CGPM (2003) (CGPM: Conferencia General de Pesas y Medidas) se establece que el símbolo del separador decimal puede ser la coma o el punto sobre la línea, según el lenguaje y reafirma que para facilitar la lectura, los números pueden ser separados en grupos de tres cifras los cuales nunca deberán diferenciarse utilizando puntos o comas. Debido a esto la tendencia en los círculos técnicos y científicos en México, de usar el punto como separador decimal, requiere previamente el cambio de la NOM-008-SCFI-2002\* que por otra parte, debe ser congruente con la normatividad que establecen los organismos.

Reglas	Fecha	Ejemplos
Se utilizan dos o cuatro caracteres para el año, dos para el mes y dos para el día en ese orden.	9 de julio de 1996 12 de noviembre de 1997 3 de enero de 2000	1996-07-09 ó 96-07-09 1997-11-12 ó 97-11-12 2000-01-03

FIGURA 4. REGLAS PARA LA ESCRITURA DE FECHAS POR MEDIO DE DÍGITOS. <sup>32</sup>

## 3.2 EL LABORATORIO DE METROLOGÍA

### 3.2.1 LA METROLOGÍA LEGAL

Se ocupa de todas las instancias jurídicas relacionadas con el uso de instrumentos para medir y que repercuten en las transacciones comerciales. Las cuales se mencionan a continuación:

◆ **SECOFI** (*Secretaría de Comercio y fomento Industrial*)

Realiza la verificación periódica de los instrumentos de medición relacionados con la protección al consumidor, en México.

La Organización Internacional que representa esta área es la:

◆ **OIML** (*Organización Internacional de Metrología Legal*)

Se inicia en 1955 en París, participan 22 países. Desde 1958 es reconocida internacionalmente sus objetivos principales son establecer los principios generales de la

metrología legal y definir las características metroológicas mínimas de los instrumentos de medición.

### ***EL SISTEMA METROLÓGICO NACIONAL***

El marco legal de este sistema nacional de metrología está contemplado en:

La Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

Sistema Internacional de Unidades.

Sistema Nacional de Calibración.

Centro Nacional de Metrología. Institución metroológica científica de alto nivel, encargado de establecer, realizar y conservar los patrones nacionales que correspondan a las magnitudes, unidades básicas y derivadas del SI.

Laboratorio Primario Nacional es el primer eslabón de la cadena de trazabilidad.

### ***LA NORMALIZACIÓN***

La normalización es básicamente comunicación entre el producto y comprador; entre importador y exportador, pues constituye un idioma común basándose en términos técnicos, definiciones, símbolos, métodos de prueba y procedimientos, que facilitan la confianza y agiliza el entendimiento. Las organizaciones que se encargan de esta normalización son:

**SNC** Sistema Nacional de Calibración (Recomendaciones sobre Metrología)

**DGN** Dirección General de Normas (Normas oficiales)

**MIL-C** Militar Standard (Normas militares de E.U.A.)

**ASTM** Normas, guías y recomendaciones sobre métodos de prueba, de funcionamiento y calibración, etc.

**ISO** Organización Internacional de Estandarización (International Standard Organization)

## ***NORMAS PARA LAS SIGUIENTES MAGNITUDES***

### ***a) La Presión***

NOM-CH-69-1986

Instrumentos de medición-presión-clasificación y definiciones.

NOM-013-SCFI-1993

Instrumentos de medición-Manómetros con elemento elástico-Especificaciones y métodos de prueba.

NMX-Z-60-1994-SCFI

Mediciones de presión terminología.

NMX-CH-3-1993-SCFI

Instrumentos de medición de presión, vacuómetros y manovacúómetros indicadores y registradores con elementos sensores elásticos (instrumentos ordinarios).

NMX-CH-36-1994-SCFI

Instrumentos de medición-indicadores de carátula.

NOM-013-SCFI-2004

Instrumentos de medición-Manómetros con elemento elástico-Especificaciones y métodos de prueba.

### ***b) La Temperatura***

NOM-011-SCFI-1993

Instrumentos de medición-Termómetros de líquido en vidrio para uso general.

NOM-011-SCFI-2004

Instrumentos de medición-Termómetros de líquido en vidrio para uso general-Especificaciones y métodos de prueba.

### 3.2.2 LA METROLOGÍA INDUSTRIAL

La metrología industrial es la que se realiza en los laboratorios de calibración de servicio, tanto a terceros, como los que dan servicio interno en la industria.

Se desarrolla en las industrias que tienen el compromiso de realizar mediciones confiables, trazables y todo lo que involucra practicar la metrología, aplicándola a sus procesos de producción; controles en proceso: tanto para instrumentos críticos como indicativos; métodos analíticos; utilización y cuidado de patrones; programas de calibración etc.<sup>25</sup>

#### a) *La Implementación de un Laboratorio de Metrología*

En el ámbito nacional existe una serie de recomendaciones, elaboradas por la Dirección General de Normas, basadas en Normas y Recomendaciones internacionales, para la Administración de Laboratorios y condiciones mínimas de instalación y características del Sistema Nacional de Calibración.

Para un adecuado funcionamiento de un Laboratorio de Metrología, es necesario se establezca un sistema para el control documentado de todos los equipos de medición y pruebas, incluyendo los patrones de calibración.

#### b) *El Personal de un Laboratorio de Metrología*

El laboratorio de calibración debe tener personal suficiente con la preparación, entrenamiento, conocimiento técnico y experiencia necesaria para realizar las funciones que le hayan sido asignadas. La certificación del personal estará de acuerdo a un programa de entrenamiento ya sea externo o interno.

#### *Metrólogo*

Desarrolla y evalúa sistemas de calibración para realizar la caracterización de medición de objetos, sustancias, o fenómenos (longitud, masa, tiempo, temperatura,

corriente eléctrica e intensidad luminosa) y unidades de mediciones físicas o químicas.

Identifica las magnitudes de las fuentes de error que contribuye a la incertidumbre de los resultados para determinar la confiabilidad de los procesos de medición en términos cuantitativos.

Rediseña y ajusta sistemas de medición para minimizar errores.

Desarrolla métodos y técnicas de calibración basados en los principios de la metrología, análisis técnicos de los problemas de medición y los requerimientos de exactitud y precisión (repetibilidad y reproducibilidad).

Dirige personal de ingeniería, calidad, de laboratorio en el diseño, manufactura.

Realiza la evaluación y calibración de los estándares de calibración, instrumentos y sistemas de prueba para asegurar la selección y el uso correcto de la instrumentación.

Investiga otros métodos para resolver los problemas de medición, así como el intercambio de información con otros metrologos a través de la participación en los comités de normalización del gobierno o de la industria, así como en las sociedades profesionales.

### ***c) La Distribución y Medio Ambiente***

La distribución de áreas dentro del laboratorio, así como las fuentes de tensión, alumbrado, calefacción y ventilación deben ser tales que faciliten el desarrollo adecuado de las mediciones.

El laboratorio deberá contar con instalaciones para monitoreo, control y registro de las condiciones ambientales. Se debe dar especial atención a factores como partículas suspendidas, interferencias electromagnéticas, humedad, regulación de tensión, temperatura, ruido y vibración, a fin de confirmar que sus niveles son apropiados al tipo de

mediciones que realizan.

Cada patrón e instrumento de medición incluyendo los materiales de referencia, deben ser etiquetados, marcados o identificados en forma tal que indique su condición de calibración.

#### ***d) La Documentación***

Se deberá establecer un sistema de documentación que permita mantener bajo control y actualización todos los procedimientos de calibración, se deberá contar con un banco de información de Normas Nacionales e Internacionales, sobre métodos y recomendaciones de calibración de equipo. Deben establecerse bitácoras para el vaciado de información durante los procesos de calibración.

#### ***e) Los Informes de Calibración***

Los resultados de cada calibración, series de calibraciones realizadas por el laboratorio, deben ser reportados de forma exacta, clara y objetivamente, sin ambigüedades y de acuerdo con las instrucciones especificadas en los procedimientos de calibración. Los resultados normalmente serán reportados en un documento denominado "Informe de Calibración" el cual incluirá toda la información necesaria para una correcta interpretación de los resultados, según el método utilizado.

Cada informe de Calibración deberá incluir, al menos, la siguiente información:

- ◆ Un título "Informe de Calibración"
- ◆ Nombre y domicilio del laboratorio, y ubicación del lugar donde se llevó a cabo la calibración si ésta es diferente al domicilio del laboratorio
- ◆ Identificación única del informe, número de cada página y número total de páginas

- 
- ◆ Nombre y dirección del cliente
  - ◆ Descripción e identificación clara del instrumento o patrón de medición calibrado
  - ◆ Caracterización y condición del instrumento de calibración
  - ◆ Fecha de recepción del instrumento y fecha de ejecución de la calibración
  - ◆ Identificación del procedimiento de calibración utilizado o la descripción clara de cualquier otro método no estándar de calibración
  - ◆ Referencia a desviaciones, adiciones o exclusiones del método de calibración y cualquier otra información relevante a la calibración, tal como las condiciones ambientales
  - ◆ Mediciones, resultados derivados, respaldados por tablas, gráficas, dibujos, bosquejos y fotografías, cuando sea apropiado
  - ◆ Una declaración de la incertidumbre estimada para la calibración
  - ◆ Nombre y firma o una identificación equivalente de la o las personas que aceptan la responsabilidad del contenido del informe, así como la fecha de expedición
  - ◆ Cuando sea relevante, una declaración de que el efecto de los resultados está relacionado únicamente al instrumento calibrado
  - ◆ Advertencia de que el informe no debe ser reproducido, excepto en forma completa, con la aprobación por escrito del laboratorio <sup>8, 25, 37</sup>

*f) La Calibración y los Programas de Calibración desde el Punto de Vista de la Administración de Drogas y Alimentos FDA (por sus siglas en inglés Food and Drug Administration)*

Regulaciones establecidas para la calibración GMP (por sus siglas en inglés Good Manufacturing Process)

Algunas especificaciones de las regulaciones sobre calibración, dirigidas a industrias farmacéuticas e industrias de aparatos, son las siguientes:

**CFR (Código Federal de Regulación) part.58 Buenas Prácticas de Laboratorio, para Laboratorios no Clínicos.**

Sección 58.63 Mantenimiento y Calibración del Equipo.

El equipo será adecuadamente inspeccionado, limpiado y mantenido. El equipo usado para la generación, medición o evaluación de datos, deberá ser adecuadamente probado, calibrado y/o estandarizado.

Todos los procedimientos estándares de operación, deberán estar escritos y deberán estar suficientemente detallados, tanto los métodos, materiales, y las identificaciones usadas en las rutinas de inspección, limpieza, mantenimiento, y prueba de estandarización del equipo.

Los documentos escritos, deberán ser mantenidos para toda inspección, mantenimiento, prueba, calibración y operación de estándares.

Sección 211.68 Equipo automático, Mecánico o Electrónico

Los equipos mecánicos, automáticos o electrónicos u cualquier otro tipo de equipo, incluyendo computadoras, deberán funcionar satisfactoriamente para ser utilizadas en la manufactura, procesamiento, empaque o almacenamiento, si tales equipos son, así usados

deberán ser rutinariamente calibrados, inspeccionados o verificados de acuerdo a un programa escrito, diseñado para asegurar su funcionamiento adecuado. Los documentos de estas calibraciones, verificaciones e inspecciones deberán ser mantenidos en un archivo.

***g) El Equipo de Medición***

La producción y aseguramiento de calidad de las mediciones de equipo mecánico, electrónico, deberán ser adecuadas para los procesos diseñados y será capaz de producir resultados válidos. Cada equipo será rutinariamente calibrado, inspeccionado y verificado de acuerdo con los procedimientos escritos. Los documentos escritos de estas actividades deberán ser conservados, cuando se usen computadoras como parte de una producción automatizada o de un sistema de aseguramiento de la calidad, con la identificación que acompañe a los resultados de calibración, además de contar con informes de medición donde se plasmen claramente los datos de la calibración.

Esta deberá ser realizada por personal especializado, con experiencia, capacitación, consciente de la importancia de su trabajo. En los procedimientos de calibración se deberán describir todas aquellas actividades de ajuste y reparación de instrumentos. Se deberán usar además anexos de gráficas de comportamiento de las operaciones, que fundamenten los datos obtenidos durante el proceso de calibración de los instrumentos.

***h) Las Períodos de Calibración de los Instrumentos***

Estos períodos requerirán ser establecidos, mediante recomendaciones ya que en la actualidad no existe una norma que rige dichos períodos de calibración. Un parámetro importante que requiere ser considerado en la selección del periodo de calibración más conveniente, son los propios datos reportados del equipo durante las calibraciones, mediante estudios estadísticos y de comportamiento tomados de los historiales de

calibración de cada equipo, se puede determinar el periodo más adecuado entre calibraciones. En este punto es importante considerar los costos de calibración de los instrumentos, para el establecimiento de los períodos de calibración.

#### *i) Las Ventajas de la Calibración*

- ◆ Obtener un mayor conocimiento y control sobre los procesos de fabricación.  
“PREVENCIÓN DE POSIBLES RECHAZOS” Mantener bajo control todas las variables críticas en los procesos de fabricación
- ◆ Cumplir con lo solicitado por organismos reguladores oficiales en la fabricación de productos de consumo humano
- ◆ Cumplir las buenas prácticas de manufactura en la fabricación de productos
- ◆ Mantener vigentes los sistemas de calidad establecidos
- ◆ Fabricar productos de alta calidad que permitan competencia en mercados nacionales e internacionales
- ◆ Antecedentes para validación
- ◆ Obtener mayor conocimiento técnico de la instrumentación<sup>38</sup>

### **3.3 LA NECESIDAD DE LA CALIBRACIÓN**

#### *El Sentido de la Calibración*

La calibración tiene las siguientes notas específicas:

- ◆ El resultado de una calibración permite estimar los errores de indicación del instrumento de medida, del sistema de medida, de la medida materializada, o bien asignar valores a marcas de referencia sobre escalas arbitrarias.
- ◆ Puede determinar también otras propiedades metrológicas.

- ◆ El resultado de una calibración puede consignarse en un documento denominado certificado de calibración o informe de calibración.
- ◆ **Aspecto Preventivo:** Garantiza que los errores de medida son inferiores a un valor determinado.
- ◆ **Aspecto correctivo:** Desecha patrones, instrumentos, equipos y métodos de medida cuyos errores están por encima de un determinado valor.
- ◆ La calibración es necesaria para asegurar el mantenimiento del instrumento dentro de las tolerancias y la clase de exactitud especificada.<sup>9, 20, 24-25, 28-29</sup>

## 3.4 LA PRESIÓN

### 3.4.1 Generalidades

#### a) La Definición de Presión

La presión se define como la fuerza por unidad de área ejercida por un fluido en una pared que lo contiene

$$P = \frac{F}{A}$$

La fuerza se puede conocer a partir de la siguiente relación:

$$F = m * g$$

Donde m=masa y g es la aceleración de la gravedad

Por otro lado la masa de un fluido la podemos determinar de la siguiente manera:

$$m = \rho \times V$$

Donde  $\rho$  es la densidad del fluido y V es el volumen que ocupa

Entonces podemos tener la siguiente relación:

$$P = \frac{\rho \times V \times g}{A}$$

De donde obtenemos la ecuación que generalmente se utiliza para calcular la presión hidrostática generada por una columna de fluido.

$$P = \rho \times g \times h$$

#### **b) Las Unidades de Presión**

La unidad de presión establecida por el Sistema Internacional de Unidades (SI) es el Pascal (Pa), que es igual a newton sobre metro cuadrado ( $\text{N}/\text{m}^2$ ), donde el newton es la unidad internacional de presión y m la unidad de longitud elevada al cuadrado para representar el área.

La presión se mide normalmente mediante medidores o registradores indicadores. Estos instrumentos pueden tener un funcionamiento mecánico, electromecánico, eléctrico o electrónico.

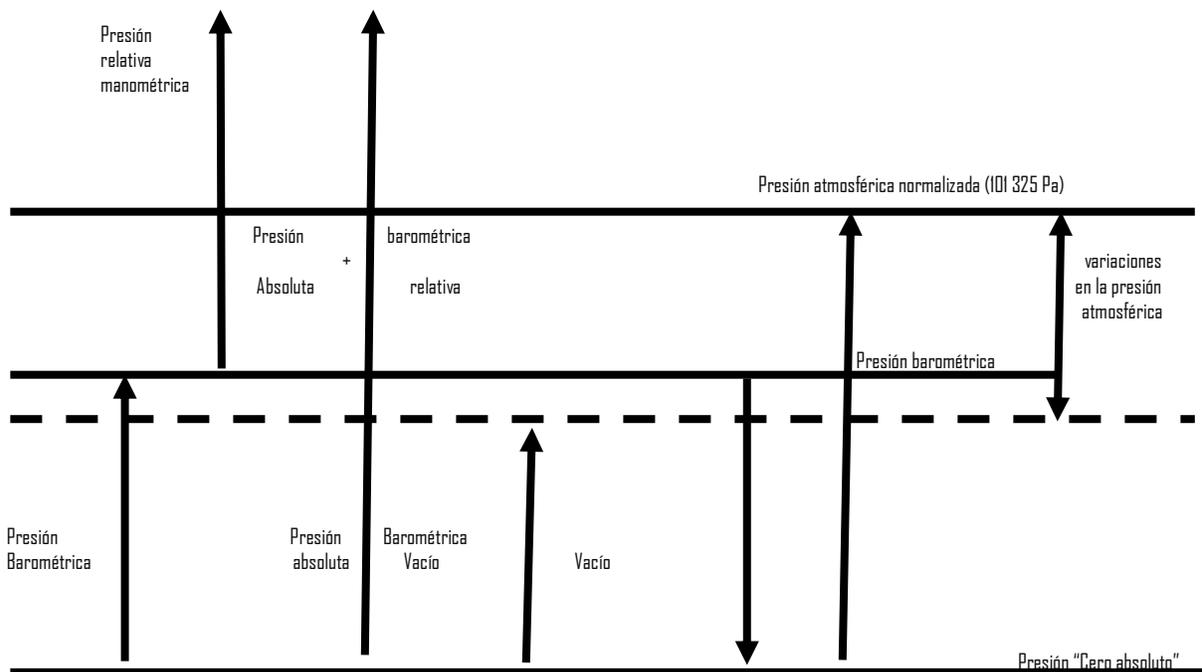
Los instrumentos mecánicos se pueden clasificar en dos grupos. El primero incluye aquellos en que la medición de presión se efectúa balanceando una fuerza desconocida con otra conocida, el segundo grupo incluye a los que emplean una deformación cuantitativa de una membrana elástica para determinar la presión.

Los instrumentos electromecánicos de presión utilizan un medio mecánico para detectar la presión y un medio electrónico para indicar o registrar la presión detectada.

Los instrumentos electrónicos para medir presiones casi siempre dependen de algún cambio físico que pueden detectar e indicar o registrar electrónicamente.

La presión se mide como un valor absoluto, que es la fuerza total ejercida, como un valor diferencial, que es la diferencia algebraica entre el valor absoluto y el valor que se obtiene de considerar la atmósfera y el lugar de medición.

**c) Clases de presión**



**FIGURA 5. CLASES DE PRESIÓN**

### 3.4.2 LOS INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN DE PRESIÓN

#### MANÓMETROS

Un manómetro es un dispositivo que mide la intensidad de una fuerza aplicada (presión) a un líquido o gas. Estos pueden ser de dos clases:

- ◆ Los que equilibran la presión desconocida con otra que se conoce. A este tipo pertenece el manómetro de vidrio en U, en el que la presión se determina midiendo la diferencia en el nivel del líquido de las dos ramas.
- ◆ Los que la presión desconocida actúa sobre un material elástico que produce el movimiento utilizado para poder medir la presión. A este tipo de manómetro pertenece el manómetro de tubo de Bourdon, el de pistón, el de diafragma, etc.

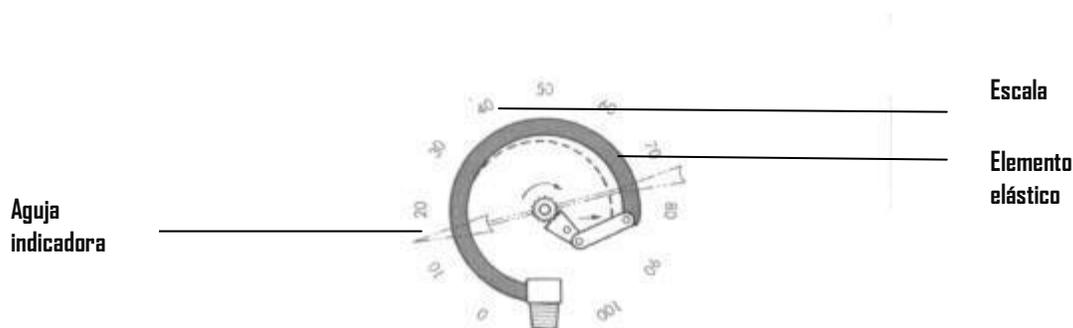
##### *a) Los Manómetros Primarios*

Manómetros de columna de líquido y la balanza de pesos muertos.

Son aquellos que por su construcción miden presión en término de las magnitudes fundamentales: masa, longitud y tiempo.

##### *b) Los Manómetros y Vacuómetros Secundarios*

Son aquellos que utilizan alguna propiedad que cambia uniformemente con la presión, tal como: una deformación elástica, una diferencia de potencial eléctrico, una señal magnética, etc. La dependencia de la presión con la propiedad manométrica se determina mediante la calibración (comparación) del medidor secundario con uno primario un ejemplo de un manómetro tipo bourdon se muestra en la figura 6. <sup>29</sup>



### FIGURA 6. MANÓMETRO DE TIPO BOURDON

Este manómetro consiste de una carátula calibrada en unidades psi o kPa y una aguja indicadora conectada a través de una articulación a un tubo curvado de metal flexible llamado tubo de bourdon que se encuentra conectado a la presión del sistema.

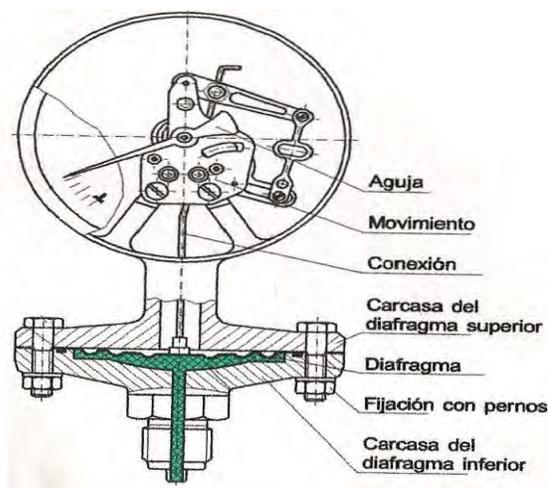
Conforme se eleva la presión en un sistema, el tubo de bourdon tiende a enderezarse debido a la diferencia en áreas entre sus diámetros interior y exterior. Esta acción ocasiona que la aguja se mueva e indique la presión apropiada en la carátula.

El manómetro de tubo de bourdon, es por lo general, un instrumento de precisión cuya exactitud varía entre 0,1 % y 3 % de su escala completa. Son empleados frecuentemente para fines de experimentación y en sistemas donde es importante determinar la presión.

## Manómetro de Pistón

Este manómetro consiste de un pistón conectado a la presión del sistema, un resorte desbalanceador, una aguja y una carátula calibrada en unidades apropiadas, psi o kPa.

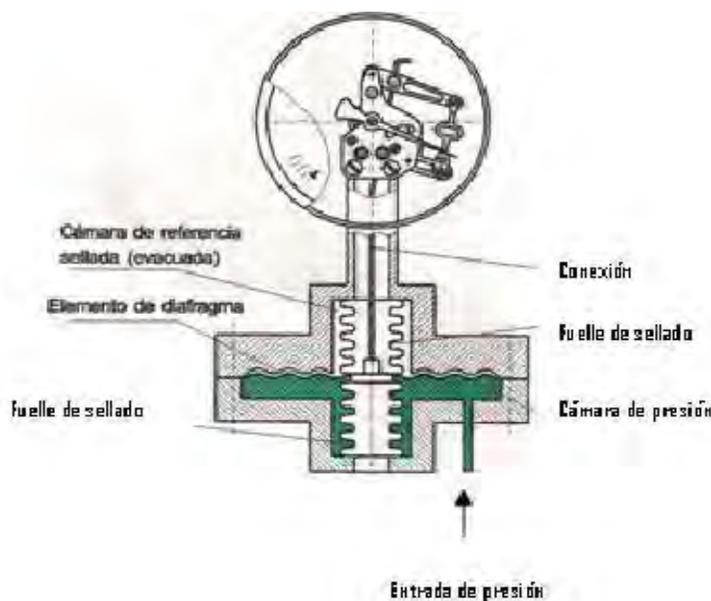
Conforme la presión se eleva en un sistema, el pistón se mueve por esta presión, la que actúa en contra de la fuerza del resorte desbalanceador. Este movimiento ocasiona que la aguja indique en la escala la presión apropiada.



**FIGURA 7. MANÓMETRO DE DIAFRAGMA**

## Manómetro de diafragma

Este manómetro posee una lámina ondulada o diafragma que transmite la deformación producida por las variaciones de presión de acuerdo a la figura 7.



**FIGURA 8. MANÓMETRO DE FUELLE**

### **Manómetro de Fuelle**

Este manómetro utiliza como elemento elástico un fuelle de tipo metálico el cual al recibir la fuerza proveniente del líquido, tiende a estirarse, con lo cual transmite a la aguja el movimiento para indicar en la carátula el valor de presión el cuál se muestra en la figura 8.<sup>39</sup>

### **Vacuómetro**

Los manómetros, como hemos visto, marcan presiones superiores a la atmosférica, que son las empleadas en hidráulica, pero también es necesario medir presiones inferiores a la atmosférica por ejemplo, a la entrada de la bomba donde la presión es inferior a la atmosférica y la depresión debe ser mínima. Los aparatos que miden este vacío se llaman vacuómetros. Están calibrados en milímetro de mercurio. 30 pulgadas de mercurio (Hg) =

760 mm de Hg, 30 pulgadas de mercurio es el vacío perfecto, como se observa en la figura

9.



**FIGURA 9. REPRESENTA LA DIFERENCIA ENTRE UN MANÓMETRO Y UN VACUÓMETRO**

***c) Las Columnas de Líquido***

Mediante el equilibrio de una fuerza o presión desconocida con otra conocida se pueden realizar mediciones de presión con medidores de columna líquida, el cual se usa con mayor frecuencia en la industria, y puede ser del tipo U o de cubeta. Con la siguiente fórmula:

$$P = Pa - Pb = \rho \times g \times h$$

Donde P representa la presión generada por la columna de líquido manométrico,  $\rho$  es la densidad del líquido, g es la aceleración de la gravedad, y h es la altura de la columna de líquido.

El método clásico para la medición de presión en una columna de líquido emplea agujas metálicas orientadas por micrómetros o un catetómetro para determinar la posición de los niveles de mercurio y con esto la diferencia de altura de la columna, esta técnica tiene un límite de exactitud de 0,01 mm para el catetómetro, cercano a 3 ppm. Magnitud de influencia en columnas de líquido. La presión generada por una columna de fluido se determina básicamente mediante el conocimiento de: la densidad del fluido, el campo gravitacional al cual está sometido este fluido y la altura del mismo.

### 3.4.3 LA CALIBRACIÓN DE INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN DE PRESIÓN

#### *Las Condiciones de Calibración*

El local donde se efectúen las calibraciones debe tener las condiciones ambientales adecuadas para este propósito, para lo cual es recomendable utilizar un sistema de aire acondicionado para obtener un control de temperatura y evitar la presencia de polvo que perjudique el funcionamiento tanto del patrón como del instrumento a calibrar, todos los instrumentos deben estar limpios, libres de grasa y polvo.

Los patrones de trabajo y los instrumentos de trabajo deben calibrarse antes de usarse y después de un período de uso. La frecuencia de calibración dependerá de la habilidad para conservar la exactitud durante su uso.

Para lograr que los instrumentos alcancen la temperatura de 20 °C con una desviación que no conduzca a una variación de indicación mayor a 1/5 del error máximo permisible del instrumento, es necesario dejarlos dentro del laboratorio el tiempo suficiente. La humedad relativa no debe exceder del 80 %. El medio (gas o líquido) utilizado para transmitir la presión cuando se efectúa la calibración (excepto en el caso en donde se especifica un medio particular para el

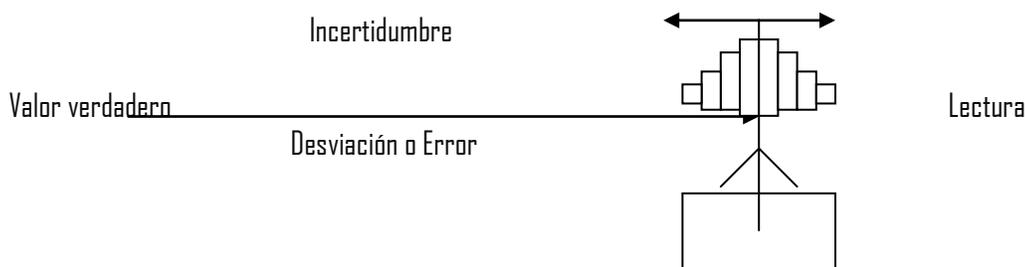
instrumento que se está verificando) debe ser:

Un gas inerte, para manómetros con un límite máximo del alcance de medición que no sea superior a 0,5 MPa. Los patrones deben de tener una clase de exactitud significativamente mejor que los instrumentos a calibrar. Idealmente se recomienda una clase de exactitud diez veces mejor; pero es aceptable que sea cuatro veces mejor.

### 3.4.4 LOS ANÁLISIS DE INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN DE PRESIÓN

#### *El Concepto de incertidumbre*

Existe una duda acerca de que tan bien representado esta el resultado de la medida al valor de la cantidad que está siendo cuantificada, ver figura 10.



**FIGURA 10. REPRESENTA LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN**

Refleja la falta del conocimiento exacto del valor del mesurando, por lo que en un sentido más amplio "incertidumbre de la medición", significa duda en la validez del resultado de una medición.

De lo anterior es importante señalar que la incertidumbre en el resultado de una medición consta, generalmente de las siguientes componentes que pueden ser agrupadas en dos categorías dependiendo de la manera en que se estime su valor numérico:

***Incertidumbre tipo A:*** Son las que se determinan por métodos estadísticos:

Variabilidad de las mediciones.

Reproducibilidad y las obtenidas al hacer una regresión lineal.

***Incertidumbre tipo B:*** aquellas que se evalúan por otros medios.

En una evaluación tipo B de la incertidumbre de una magnitud de entrada se usa información externa u obtenida por experiencia. Las fuentes de información pueden ser:

- ◆ Certificados de calibración.
- ◆ Manuales del instrumento de medición, especificaciones del instrumento.
- ◆ Normas o literatura.
- ◆ Valores de mediciones anteriores.
- ◆ Conocimiento sobre las características o el comportamiento del sistema de medición.

Los componentes de la categoría A se caracterizan mediante las varianzas estimadas, de la desviación estándar y el número de lecturas o grados de libertad, mientras que las incertidumbres de la categoría B deben ser caracterizadas mediante incertidumbres estimadas las cuales pueden ser consideradas como aproximaciones a las varianzas correspondientes.

El método para evaluar y estimar la incertidumbre debe ser:

- ◆ Universal: es decir que sea aplicable a cualquier tipo de mediciones y a cualquier tipo de datos utilizados en las mediciones.
- ◆ Ponderador: solamente se deben presentar los resultados de las mediciones como tal, sin pecar de pesimismo o de optimismo es decir que sea objetivo.
- ◆ Trazable: debe ser posible utilizar toda la información en una cadena interrelacionada de mediciones para propagar la incertidumbre. **3, 4, 8, 29, 33**

## 3.5 LA TEMPERATURA

### 3.5.1 LA DEFINICIÓN

Actualmente la temperatura se encuentra definida de la siguiente manera:

Es el estado térmico de una sustancia y es la propiedad que determina si dos o más sustancias se encuentran en equilibrio térmico.

La temperatura tendrá que ser medida en forma relativa, usando las llamadas escalas de temperatura, que nos darán información de que tan caliente o frío está un cuerpo con relación a otro. Las unidades de dichas escalas son marcas, llamadas grados.

La medición de temperatura constituye una de las mediciones más comunes y de gran importancia en la Industria Farmacéutica, dicha variable tendrá, en algunos casos que ser controlada, registrada o simplemente indicada, para obtener un proceso y por ende un producto de alta calidad y dentro de especificaciones.

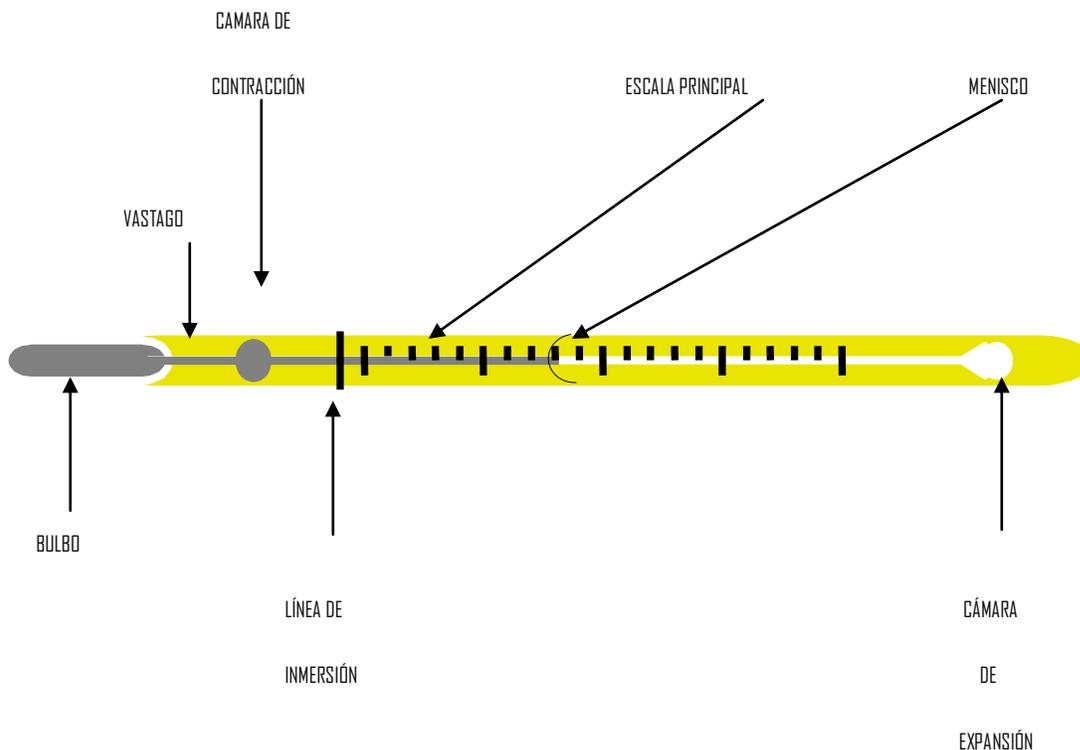
En la industria farmacéutica la medición de temperatura es prioritaria y los instrumentos de medición más empleados, son los clasificados dentro de la línea de sensores de "contacto térmico", los cuales utilizan el contacto directo del sensor con la fuente calorífica para poder determinar su temperatura. Los más utilizados son los termómetros de líquido en vidrio.

La magnitud de temperatura suele ser crítica en equipos pertenecientes a la Industria Farmacéutica tales como:

- ◆ Autoclaves
- ◆ Hornos
- ◆ Procesadores de material estéril
- ◆ Cuartos de incubación
- ◆ Cámaras climáticas

### 3.5.2 LA DESCRIPCIÓN GENERAL DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO

#### a) *Las Partes Principales de un Termómetro*



**FIGURA 11. PARTES PRINCIPALES DE UN TERMÓMETRO DE LÍQUIDO EN VIDRIO**

#### *El Bulbo Termométrico*

El bulbo del termómetro es un recipiente de vidrio que contiene la mayor parte del líquido termométrico. Se fabrica generalmente de forma cilíndrica con la finalidad de obtener buena estabilidad térmica y disponer de una gran superficie de contacto con el medio cuya temperatura se desea medir. El bulbo es considerado la parte más importante del termómetro, ya que él actúa prácticamente como el sensor del mismo.

El líquido contenido en el capilar de vidrio es conocido como columna de líquido y al extremo superior de la columna de líquido (que sirve como marca para la lectura), se le

llama menisco de la columna.

### ***El Vástago***

El vástago del termómetro es un capilar de vidrio en donde se encuentra grabada la escala y por lo tanto, permite observar los cambios producidos en el volumen del líquido al variar la temperatura que facilita determinar los cambios de esta. Este capilar se encuentra unido al bulbo del termómetro y generalmente se construye de paredes gruesas para evitar las variaciones por efecto de la presión externa.

### ***La Cámara de Expansión***

La cámara de expansión, es una ampliación final del capilar cuya función es proteger al termómetro de un sobrecalentamiento que pueda traer como consecuencia una ruptura del instrumento. Su pera invertida evita que se concentre líquido en ella.

### ***La Cámara de Contracción***

La cámara de contracción es una ampliación en el capilar, mediante el cual se interrumpe la escala en una zona determinada, permite la instalación de una escala adicional en caso de ser necesaria, y sirve asimismo, para prevenir la contracción completa del líquido dentro del bulbo. La función más importante de la cámara es hacer más pequeña la longitud del termómetro, lo cual lo hace más práctico.

## **3.5.3 LAS CARACTERÍSTICAS DE LOS TERMOMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO**

- ◆ Fueron los primeros en desarrollarse
- ◆ Cubren un amplio intervalo de temperatura
- ◆ Baratos
- ◆ No requieren de aparatos adicionales en su uso

◆ El líquido termométrico más usado: Mercurio

### **a) El Funcionamiento y sus Características**

Los termómetros de líquido en vidrio son los aparatos más conocidos y utilizados para medir temperatura, los cuales se distinguen por su manejo sencillo y no requieren instrumentos adicionales. Con una manipulación adecuada, los termómetros de líquido en vidrio resultan instrumentos de medir muy confiables.

Este dispositivo indicador de temperatura funciona basándose en el principio de dilatación térmica de un líquido termométrico específico dentro de un recipiente de paredes delgadas comunicado por un capilar, el cual tiene una escala asignada. El aumento de temperatura expande el volumen del líquido termométrico, desplazándolo a lo largo del capilar, el menisco de la columna servirá para indicar la temperatura dada.

### **b) Su Clasificación**

Tienen diversas clasificaciones basándose en sus características, las más importantes son:

#### **Según su Líquido Termométrico:**

Humectante

No humectante

#### **Según su Profundidad de Inmersión:**

##### **Inmersión Parcial**

Son aquellos diseñados para indicar temperaturas correctas, cuando solo el bulbo y una parte específica de la columna se encuentran a la temperatura que se requiere determinar.

### Inmersión Total

Son aquellos en los cuales se indicará el valor de la temperatura correcta únicamente cuando el bulbo y la totalidad de la columna del líquido termométrico son expuestos a la temperatura que se quiere medir.

### Inmersión Completa

Son aquellos en los cuales, todo el termómetro debe encontrarse a la temperatura a medir, para obtener una lectura correcta.

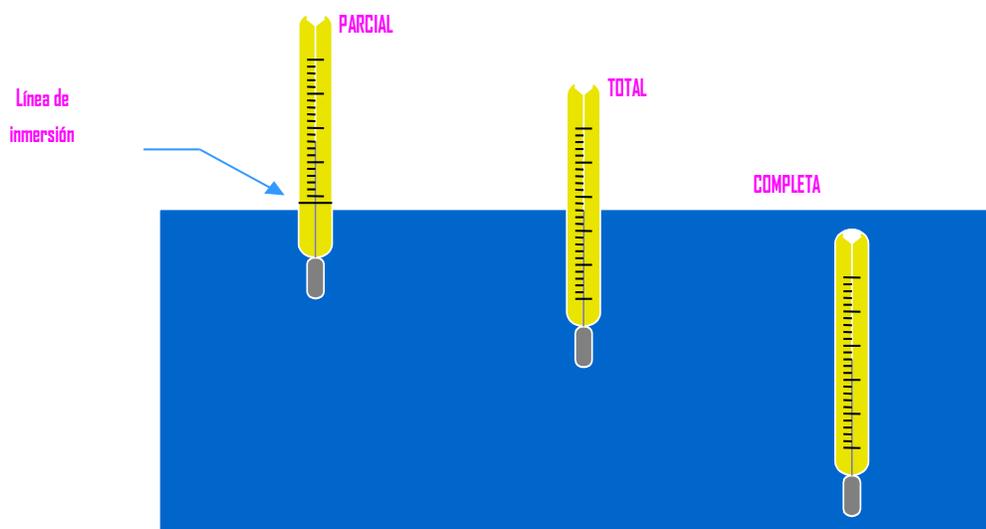


FIGURA 12. TIPOS DE INMERSIÓN DE LOS TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO

#### c) Las Propiedades

Líquido en un amplio intervalo de temperatura

Coefficiente de expansión lineal

Opacidad

Químicamente estable

No tóxico

No moja las paredes del capilar

**d) Los Tipos de líquido**

**Mercurio** (-38 a 550 °C,  $k=0,00016 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )

**Etanol** (-80 a 60 °C,  $k=0,00104 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )

**Tolueno** (-80 a 100 °C,  $k=0,00103 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )

**Pentano** (-200 a 30 °C,  $k=0,00145 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )

**e) El Mercurio**

Se aproxima a un líquido ideal.

Es líquido en un amplio intervalo de temperatura

Coeficiente de expansión lineal

No moja el vidrio

Tiene un menisco claramente definido (convexo)

Es opaco

Es químicamente estable bajo una atmósfera inerte. Aunque éste se oxida en presencia de agua u oxígeno

Es fácil de purificar para fines termométricos<sup>5</sup>

### 3.5.4 LOS TERMÓMETROS DE RESISTENCIA COMO PATRONES PARA LA CALIBRACIÓN

**a) Definición**

Un termómetro de resistencia se define como un resistor que tiene la capacidad de ser sensible a cambios de temperatura. Pero si partimos del hecho que un termómetro mide temperatura, entonces el termómetro de resistencia no es suficiente para medir temperatura, puesto que se necesita medir la resistencia eléctrica de éste y después

interpretar ese valor en unidades de temperatura.

### **b) Principio de Operación**

Los termómetros de resistencia eléctrica se fundamentan en el principio de que la resistencia eléctrica de los materiales depende de la temperatura, y varía de modo casi lineal al valor de esta.

### **c) Funcionamiento y Características**

La mayoría de los termómetros están compuestos por las siguientes partes:

Un sensor, el cual detecta los cambios de temperatura

Un instrumento que mide una propiedad del sensor

Una escala que relaciona la temperatura con las lecturas del instrumento.

Ahora podemos decir que un termómetro de resistencia de platino está compuesto por un resistor de platino, un medidor de resistencia y una función que relacione ambas magnitudes.

El elemento es usualmente llamado RTD por sus siglas en inglés (Resistance Temperature Detector) "Detector de Temperatura y Resistencia", y consiste en un arrollamiento de hilo muy fino del conductor adecuado bobinado entre capas de material aislante y protegido con un revestimiento de vidrio o de cerámica.

El material que forma el conductor se caracteriza por el llamado "coeficiente de temperatura de resistencia" que expresa a una temperatura especificada, la variación de la resistencia del conductor por cada grado que cambia su temperatura.

Los materiales más frecuentemente utilizados como termómetros de resistencia son:

Metal	Intervalo de medición	Coficiente de resistencia
Platino	-200 a 950 °C	0.0039 Ω
Níquel	-150 a 300 °C	0.0067 Ω
Tungsteno	-200 a 120 °C	0.0045 Ω
Cobre	-200 a 120 °C	0.00425 Ω

**TABLA I. MATERIALES UTILIZADOS EN LA FABRICACIÓN DE TERMÓMETROS DE RESISTENCIA**

**Termómetros de resistencia de platino (RTD ó PT)**

El platino tiene un elevado punto de fusión y una relativa alta resistividad; además de mostrar una variación de resistencia muy cerca de ser lineal con la temperatura. Sin embargo es un material muy caro.

**3.5.5 LOS MÉTODOS DE CALIBRACIÓN**

Existen dos métodos de calibración para termómetros de líquido en vidrio:

Calibración por Puntos Fijos

Calibración por Comparación

**a) Calibración por Puntos Fijos**

La calibración por puntos fijos se realiza utilizando celdas de puntos fijos que se encuentran especificadas en la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90).

## La Escala Internacional de Temperatura y el Equilibrio entre Fases

La Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS-90 por sus siglas en inglés International Temperature Standard), consiste en puntos fijos de definición, instrumentos y reglas de interpolación. La ITS-90 está definida desde 0,65 °K hasta la más alta temperatura prácticamente mensurable y dividida en intervalos de acuerdo al tipo de termómetro que se emplea.

La ITS-90 define la temperatura ( $T_{90}$ ) de 17 puntos fijos (Tabla 2). De esos, 14 son de equilibrio entre fases (puntos triples, de solidificación o de fusión) de sustancias puras. Los valores de temperatura asignados a los puntos fijos son indistinguibles, dentro de la incertidumbre, a las mejores determinaciones termodinámicas de los mismos.

Para la reproducción de los puntos fijos, definidos en función de equilibrios entre fases se recomienda el uso de muestras de la más alta pureza disponible.

Punto fijo (estado)	T <sub>90</sub>
He (vapor)	3-5
e- H <sub>2</sub> (triple)	13,8033
e- H <sub>2</sub> (vapor)	≈ 17
e- H <sub>2</sub> (vapor)	≈ 20,3
Ne (triple)	24,5561
O <sub>2</sub> (triple)	54,3584
Ar (triple)	83,8058
Hg (triple)	234,3156
H <sub>2</sub> O (triple)	273,16
Ga (fusión)	302,9146
In (solidificación)	429,7485
Sn (solidificación)	505,078
Zn (solidificación)	692,677
Al (solidificación)	933,473
Ag (solidificación)	1234,93
Au (solidificación)	1337,33
Cu (solidificación)	1357,77

**TABLA 2. PUNTOS FIJOS DE DEFINICIÓN DE LA ITS-90. EN LA SEGUNDA COLUMNA SE PRESENTAN LOS VALORES ASIGNADOS**

#### b) Calibración por Comparación

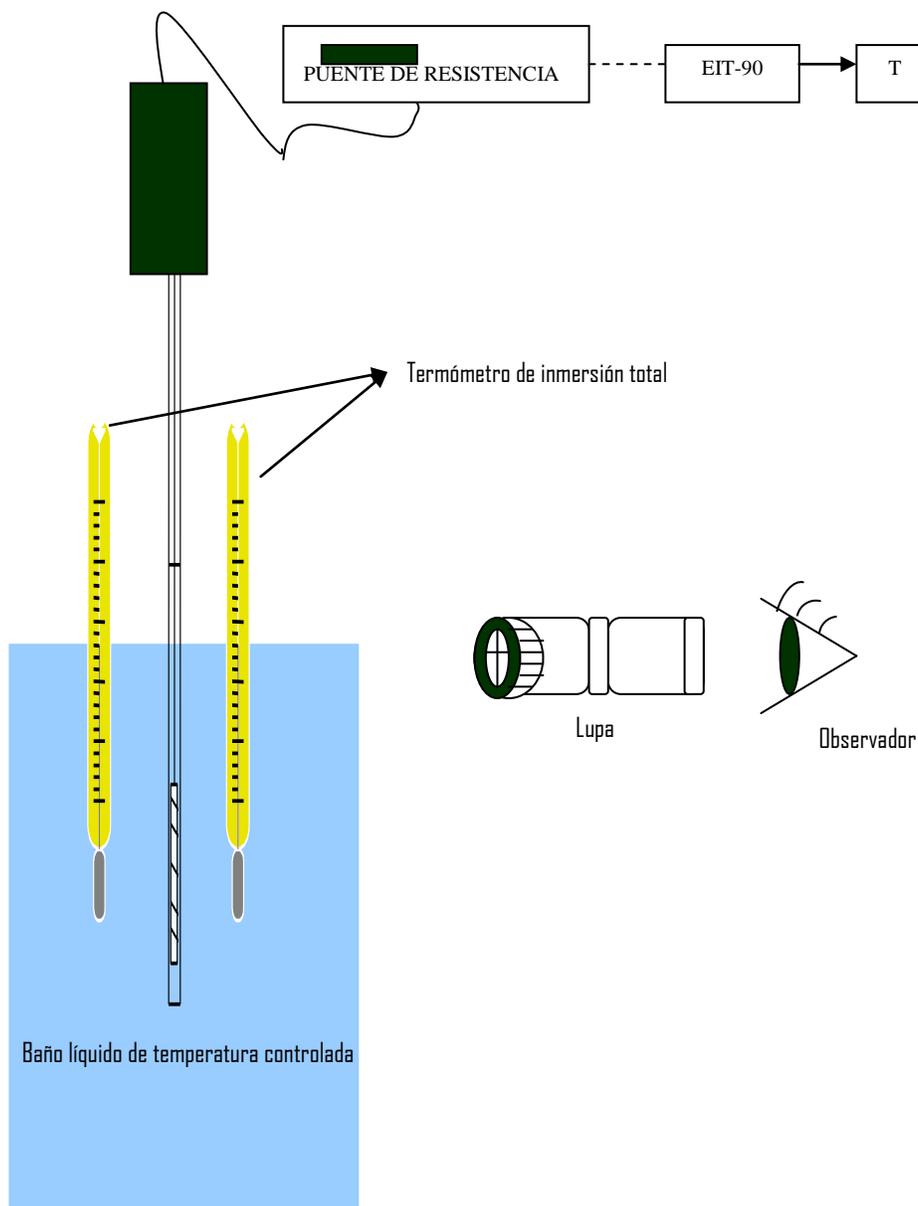
El método de calibración por comparación se hace con ayuda de Termómetros Patrón de Resistencia de Platino o con Termómetros Patrón de Mercurio, dependiendo de la exactitud que se requiera. Para los termómetros de líquido en vidrio tenemos 3 casos:

- ◆ Calibración de termómetros de inmersión total.
- ◆ Calibración de termómetros de inmersión total a inmersión parcial.
- ◆ Calibración de termómetros de inmersión parcial.

Generalmente el equipo que se utiliza para la calibración de los termómetros de líquido en vidrio es el siguiente:

- ◆ Baños líquidos para calibración (utilizando agua, aceite o sales)
- ◆ Termómetros de resistencia de platino

La figura 13 muestra un sistema para calibrar termómetros de inmersión total, en ésta se presenta los instrumentos que regularmente se utilizan en la calibración.



**FIGURA 13. CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE INMERSIÓN TOTAL (CASO 1)**

### c) Los Baños Líquidos para Calibración

#### El Punto de Fusión de Hielo

El baño para reproducir el punto de fusión de hielo, consiste básicamente de un recipiente aislado térmicamente, en el cual se coloca una mezcla de hielo tipo frapé con agua destilada. El hielo que se utiliza debe ser en granos muy pequeños para hacer más eficiente el contacto térmico con el termómetro.

#### Los Baños Líquidos para la Calibración

Para realizar calibraciones por comparación se requiere de un ambiente de temperatura controlada. Cuando se trabaja con termómetros de líquido en vidrio se usa generalmente un baño líquido, ya que aquellos, requieren de un medio estable y con el cual puedan tener un adecuado contacto térmico.

#### Los Componentes de un Baño Líquido

##### ◆ El Pozo del Baño:

Este contiene el líquido sin transferencia de calor y se elige dependiendo del intervalo en que se quiera trabajar.

Los intervalos de medición asociados a líquidos comúnmente usados en los baños de temperatura controlada son:

Alcohol de  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$

Mezcla de agua con etilenglicol de  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$

Agua de  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$

Aceite mineral de  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$

Aceite de silicón de  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$

Se pueden usar otros líquidos de trabajo con el mismo propósito.

#### ◆ El Agitador:

La función del agitador es distribuir uniformemente la temperatura en todo el líquido.

#### ◆ La Punta de Prueba:

La punta de prueba es un sensor que nos indicará la temperatura del baño. El sensor puede ser de distintos tipos como un termistor, un TRP (termómetro de resistencia de platino) ó termopares.

#### ◆ La Refrigeración:

Este generalmente opera con un compresor y algún refrigerante que permita alcanzar temperaturas bajo cero.

#### ◆ El Líquido:

El líquido de trabajo se selecciona de acuerdo al intervalo que se quiere trabajar, se puede utilizar agua (destilada) en el intervalo de 5 °C a 90 °C, algún tipo de aceite en el intervalo de 40 °C a 350 °C.

#### ◆ La Viscosidad:

Es la medida del espesor de un fluido o que tan fácilmente éste puede ser vaciado o mezclado. La viscosidad afecta la estabilidad y la uniformidad del baño. Un fluido con baja viscosidad se mezcla mejor creando una distribución de temperatura mejor a través del baño, esto mejora el tiempo de respuesta, lo cual permite tener una temperatura uniforme en menor tiempo.

#### ◆ El Calor Específico:

Es la habilidad que tiene un fluido para almacenar energía en forma de calor. El calor específico puede afectar ligeramente el control de la estabilidad. Este

también afecta la razón de calentamiento y enfriamiento de control. Si el fluido tiene calor específico bajo, el fluido se enfría y se calienta más rápido.

◆ **La Expansión Térmica:**

La expansión térmica indica el cambio de volumen del fluido con la temperatura.

◆ **La Resistividad Eléctrica:**

La resistividad eléctrica indica que tan bien el líquido se aísla contra el flujo de corriente eléctrica.

◆ **El Tiempo de Vida Útil:**

Muchos líquidos se degradan con el tiempo debido a vaporización, absorción de agua o descomposición química.

◆ **El Costo:** El costo puede ser importante cuando se elige un fluido.

◆ **Los Fluidos Utilizados:**

Agua

Etilenglicol

Aceite mineral

Aceite de silicón

Sales de transferencia de calor

### 3.5.6 LAS PRINCIPALES FUENTES DE ERROR

Todo proceso de medición involucra errores de diversos tipos que deben ser corregidos. Los errores más comunes son debidos a tiempo de respuesta, inmersión, presión, paralelaje y de presión.

### **a) El Tiempo de Respuesta**

El tiempo de respuesta de los termómetros de líquido en vidrio depende en gran parte del diámetro del bulbo dado que el calor debe de ser conducido de la parte externa hasta el centro del bulbo. Un bulbo típico de 5 mm de diámetro tiene un tiempo de respuesta relativamente corto (aproximadamente 10 s). La razón de cambio en la lectura de un termómetro, es proporcional a la diferencia entre la temperatura del termómetro y la temperatura del baño.

El tiempo de respuesta se puede definir como el intervalo del tiempo transcurrido a partir de que el termómetro es puesto en contacto térmico con un baño a una temperatura dada y el momento en que el termómetro indica la misma temperatura.

### **b) La 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.

La manera de calcular las correcciones depende de las condiciones en que se usan los termómetros, en general se hacen dos tipos de correcciones de acuerdo al tipo de termómetro.

#### **La Corrección para Termómetros de Inmersión Total que se usan a Inmersión Parcial.**

Usualmente por dificultades prácticas, no es posible usar un termómetro de inmersión total hasta la profundidad requerida, esto es debido en primer lugar, a que existen termómetros cuya longitud es superior a la profundidad del baño y en otros casos al desconocimiento que se tiene acerca del uso del termómetro.

Existe una fórmula para calcular la corrección por columna emergente, cuando un termómetro de inmersión total se usa a una profundidad inferior a la que debiera, la cual se muestra a continuación:

$$\text{Corrección} = kn(t_1 - t)$$

Donde:

**k**, es el coeficiente de expansión diferencial entre el líquido y el tipo de vidrio particular con el cual está hecho el termómetro.

**n**, es el número de grados en la escala del termómetro y se mide desde el nivel del líquido hasta el menisco.

**t<sub>1</sub>**, es la temperatura del termómetro a corregir.

**t**, es la temperatura promedio de la columna emergente.

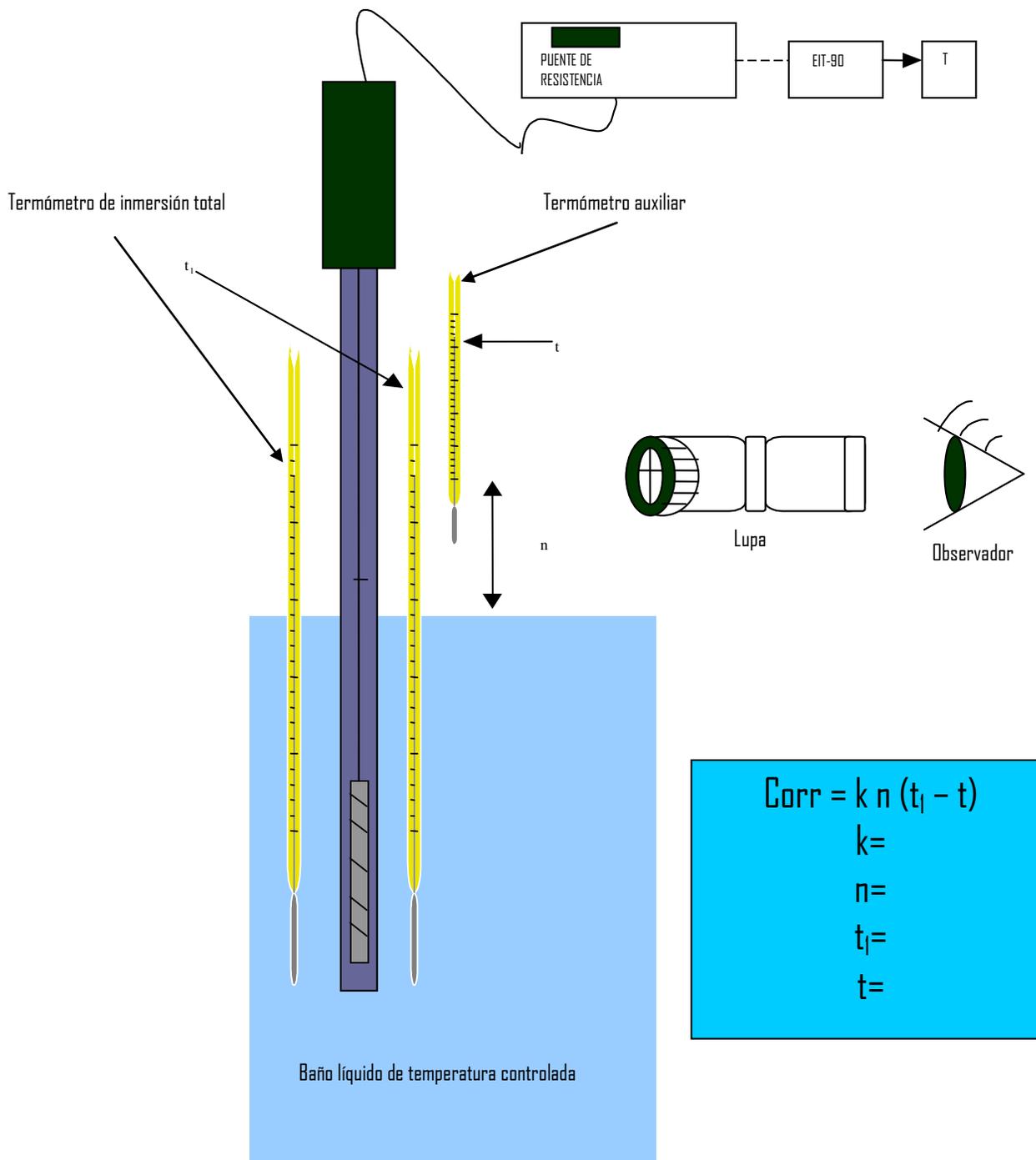
El coeficiente **k** cambia para diferentes tipos de vidrios y su dependencia más importante es con la temperatura, éste varía de líquido a líquido. Si no es posible conocer el tipo de vidrio del cual está hecho el termómetro, entonces se puede tomar  $k=0,00016$  para termómetros graduados<sup>14</sup> en °C.

El valor de **n**, es el número de grados de la escala equivalente a la longitud de la columna emergente. Para termómetros de inmersión total con una parte de su columna emergiendo del baño, n es la longitud equivalente en grados desde el nivel de fluido hasta el menisco del termómetro. Para termómetros de inmersión parcial, n es el número de grados desde la línea de inmersión hasta el menisco. Usualmente los termómetros de inmersión parcial contienen una parte de su vástago a partir de su línea de inmersión en la cual no hay graduaciones, para este caso el valor de n se calcula midiendo con una regla una longitud equivalente en la parte que sí se encuentra graduada.

El valor de  $t_1$  es la temperatura del termómetro con columna emergente, este valor corresponde a la temperatura a la cual se encuentra el bulbo, es decir la temperatura del baño.

El valor de  $t$  es la temperatura promedio observada de la columna emergente. Este valor se puede encontrar midiendo la temperatura del ambiente en la cual se encuentra la columna emergente. Si se utiliza solo un termómetro auxiliar en la medición de la columna emergente su bulbo se debe colocar en la parte media de la columna emergente, cuando se utilizan más de uno lo que se hace es distribuirlos uniformemente a lo largo de la columna que se desea medir.

En la figura 14 se muestra un esquema del sistema utilizado para calibrar termómetros de líquido en vidrio de inmersión total usados a inmersión parcial. Cuando se calibra bajo las condiciones que se muestran en la figura, se debe aplicar una corrección por columna emergente.



**FIGURA 14. CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE INMERSIÓN TOTAL A PARCIAL (CASO 2)**

### La Corrección para Termómetros de Inmersión Parcial

Para los termómetros de inmersión parcial, en donde la temperatura de la columna emergente de calibración difiere de la columna en uso, la corrección que se debe aplicar es la siguiente:

$$\text{Corrección} = 0,00016 n (t_s - t_0)$$

Donde:

**$t_s$** , es la temperatura especificada en tablas

**$t_0$** , es la temperatura promedio de la columna emergente

**$n$** , es el número de grados que, de acuerdo a la escala del termómetro, estarían incluidos en la longitud de la columna emergente.

La figura 15 muestra la calibración de inmersión parcial, en ésta se presentan los diferentes instrumentos que intervienen durante la calibración.

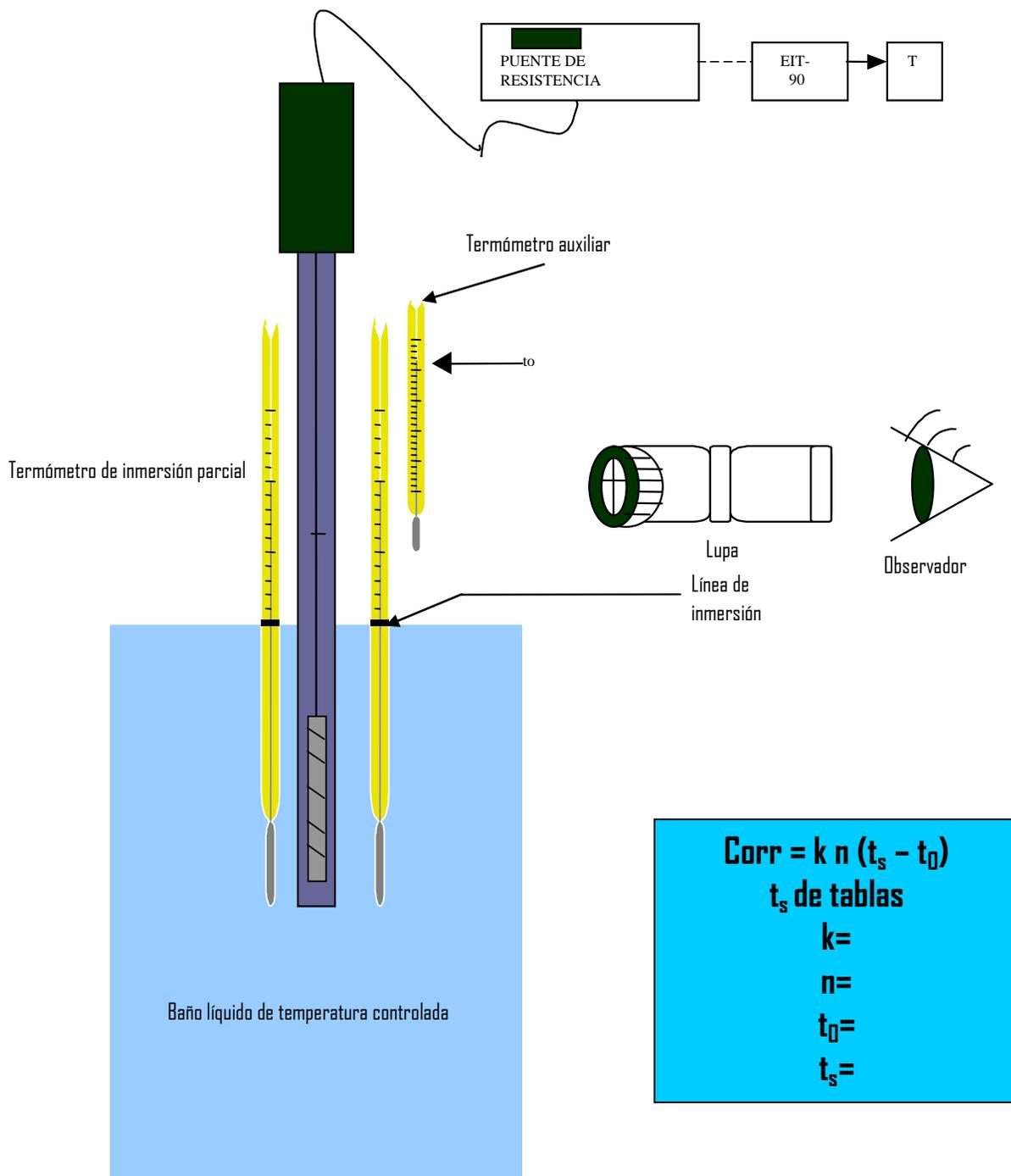


FIGURA 15. CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE INMERSIÓN PARCIAL (CASO 3)

### **e) Los Errores de Paralelaje**

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 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.

### **f) El Efecto por Columna Separada**

Un problema comúnmente encontrado durante el uso de los termómetros es la separación de una parte del líquido de la columna principal, ésta se puede detectar haciendo una detección previa al uso. La causa de este problema, es el transporte inadecuado, la ausencia de un gas de relleno por encima de la columna, o el que se haya almacenado horizontalmente el termómetro.

Existen distintos procedimientos para reunir la columna:

Golpear ligeramente el termómetro contra la mano un material suave manteniéndolo verticalmente.

Aplicando fuerza centrífuga, esto se puede hacer sosteniendo el bulbo con el pulgar y protegiéndolos con los otros dedos, para mayor seguridad apoyar el termómetro a lo largo del brazo y girar el termómetro hacia abajo.

Si los dos métodos anteriores no dan resultado, se puede utilizar el método de enfriamiento, este método consiste en colocar el bulbo del termómetro en una sustancia fría y contraer toda la columna del líquido en el bulbo.

Un método más drástico para reunir la columna es aplicar calor. Este método se aplica en algunos casos donde queda atrapado mercurio en la cámara de expansión.

### **g) Los Errores en la Escala**

Los defectos en la escala son una de las mayores fuentes de error en termometría de líquido en vidrio, éstos a su vez están asociados directamente con la calibración del termómetro. Las principales fuentes de error en la escala son las siguientes:

Desalineamiento de la escala, el cual es causado cuando existe algún corrimiento en algún punto de la escala.

El método de linealización consiste en ajustar dos marcas en un determinado intervalo de temperatura y alinear una máquina especial para realizar las marcas sobre el vástago en ese intervalo.

Irregularidades originadas por la máquina de graduación, ya que en muchas ocasiones la máquina no alcanza la precisión deseada.<sup>5-7, 10-11, 14-17, 21-23</sup>

## 4 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Como parte fundamental de Aseguramiento de Calidad en cualquier industria, la calibración de los instrumentos de medición es de vital importancia para asegurar que las mediciones sean confiables.

La calibración es el conjunto de operaciones que establecen bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicada por un instrumento o sistema de medición y los valores correspondientes de la magnitud realizados por los patrones, actualmente se requiere que todos los instrumentos de medición estén calibrados como lo estipula la NOM-059-SSA1-2006 para la industria farmacéutica.

Por lo general muchas industrias tienen problemas con su sistema de calibración o no le prestan mucha importancia a estos procedimientos, por eso es necesario que se lleven a cabo procesos de mejor calidad para que sean competitivos a nivel internacional, por lo que recurren a laboratorios acreditados pero el costo del servicio de calibración es muy elevado además de que se invierte una mayor cantidad de tiempo. Si se toma en consideración que los laboratorios secundarios de calibración pueden mejorar la confianza en sus resultados mediante su acreditación, que implica la obtención del reconocimiento formal de su competencia por un tercero, pero se pueden realizar calibraciones internas dentro de un grupo empresarial sin el acreditamiento y así cumplir con la normatividad vigente.

Por lo que el presente trabajo tiene la finalidad de proporcionar una guía que sirva de apoyo a las industrias para corregir problemas en los que intervenga la calibración de instrumentos así como mostrar la función de la Metrología, en específico la calibración de los instrumentos de medición en las magnitudes de temperatura, presión positiva y negativa para el aseguramiento de las mediciones en las diferentes áreas.

## 5 HIPÓTESIS

La aplicación correcta de la metodología propuesta para la calibración de los instrumentos de medición como los termómetros de líquido en vidrio, los manómetros y los vacuómetros debe garantizar la precisión en las mediciones; de tal forma que permita mantener bajo control los procesos industriales en los cuales se utilicen, asegurando así la fabricación de productos dentro de los estándares de calidad. Por lo que se espera que esta guía sirva a las industrias para calibrar termómetros, manómetros y vacuómetros que utiliza diariamente.

## 6 OBJETIVOS

### Objetivo General

Proponer un método de calibración para los instrumentos de medición en las siguientes magnitudes:

**Temperatura, presión positiva y presión negativa** con la finalidad de obtener evidencia documentada que determine si cumplen con especificaciones del sistema de gestión de la calidad.

### Objetivos Específicos

- ◆ Calibrar termómetros de líquido en vidrio de inmersión parcial y total así como vacuómetros y manómetros de presión positiva para verificar si el instrumento cumple con el error máximo permitido para determinar la confiabilidad en los procesos de medición en términos cuantitativos.
- ◆ Determinar por medio de tratamientos estadísticos, la aceptación o rechazo de un instrumento de medición, en estudio.

## 7 MATERIAL Y MÉTODOS

### 7.1 LOS MATERIALES

#### 7.1.1 LOS MANÓMETROS Y VACUÓMETROS

##### **Manómetro digital**

Marca: Ametek.

Modelo: N/E.

Intervalo: 0 a 200 psi (1 378,951 kPa).

Incertidumbre: 0,07 psi.

Calibración: Vigente trazable al CENAM.

##### **Manómetro digital**

Marca Mensor.

Modelo: N/E.

Intervalo: 0 a 1 000 psi (6 894,757 kPa).

Incertidumbre: 0,051 psi.

Calibración: Vigente trazable al CENAM.

##### **Vacuómetro digital**

Marca Mensor.

Modelo: N/E.

Intervalo: 0 a menos 30 psi (206,843 kPa).

Incertidumbre: 0,04 psi.

Calibración: Vigente trazable al CENAM.

**Instrumentos de prueba**

Manómetro de prueba marca Ashcroft de 0 psi a 150 psi.

Vacuómetro de prueba marca Weksler de -14,73 a 0 psi.

**Bomba de vacío.**

**Tanque de nitrógeno.**

**Piseta con alcohol etílico.**

**Franela.**

**Bomba manual.**

**7.1.2 LOS TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO****Termómetro de Resistencia de Platino Inteligente (RTD)**

Marca: Kaye Instruments Co.

Modelo: M2801.

Intervalo: -183 °C a 420 °C.

Incertidumbre:  $\pm 0,025$  °C.

Calibración: Vigente trazable al CENAM.

**Indicador de Temperatura**

Modelo: F250.

Calibración: Vigente trazable al CENAM.

**Termómetro de Resistencia de Platino (RTD)**

Marca: Kaye Instruments Co.

Modelo: ASL T100-450.

Intervalo: -70 °C a 450 °C.

Calibración: Vigente trazable al CENAM.

Incertidumbre: 20 mK.

### **Termómetro de Líquido en Vidrio**

Marca: BRANNAN.

Intervalo: -1 °C a 50 °C.

División mínima: 0,1 °C.

Calibración: Vigente trazable al CENAM.

### **Baño de Temperatura Controlada.**

Marca: HART SCIENTIFIC.

Modelo: 7030.

Intervalo: - 30 °C a 150 °C.

Exactitud:  $\pm 1,0$  °C.

### **Baño de Temperatura Controlada.**

Marca: NESLAB.

Modelo: EXACAL EX-250HT.

Intervalo: 20 °C a 300 °C.

Exactitud:  $\pm 1,0$  °C.

### **Termómetros de prueba**

Termómetro Princo de inmersión parcial con intervalo de 20 °C a 50 °C.

Termómetro Brannan de inmersión total con intervalo de -10 °C a 260 °C.

### **Dos Baños de Punto de Fusión de Hielo.**

Lente con aumento de al menos 10 X.

## 7.2 EL MÉTODO

### 7.2.1 La Calibración de Manómetros y Vacuómetros

#### Consideraciones Generales.

Antes de realizar un ensayo, se recomienda mantener una relación de clases de exactitud entre el manómetro y el ensayo a ser realizado (dependiendo también de las otras magnitudes de entrada) de 4:1.

Por ejemplo, si el ensayo requiere en la medición de presión una incertidumbre, (tolerancia), de  $\pm 1$  kPa, la clase de exactitud del manómetro utilizado en el ensayo deberá ser de  $\pm 0,25$  kPa a la presión medida.

Verificar que la relación de incertidumbre entre el patrón de referencia y el instrumento a calibrar sea de mínimo 1:4 de proporción de resolución, si no cumple con esta relación el instrumento no se puede calibrar. La incertidumbre resultante cuando se realice un ensayo no podrá ser menor que la incertidumbre de la calibración del manómetro.

El intervalo típico de medición se recomienda que quede comprendido entre el 25 % y 75 % de su alcance de medición y debe estar incluido entre los puntos de calibración del manómetro establecidos en el informe de calibración.

Utilizar el patrón de referencia Ametek para presión relativa, para calibrar instrumentos con un alcance menor a 200 psi.

Utilizar el patrón de referencia Mensor para presión relativa, para calibrar instrumentos con un alcance mayor a 100 psi y menor de 1 000 psi.

Utilizar el patrón de referencia Mensor para presión negativa, para calibrar instrumentos con un alcance máximo de medición que se encuentre entre -15 psi y -1,5 psi.

Para determinar la resolución del instrumento a calibrar se debe realizar de acuerdo a la siguiente fórmula y condiciones de indicación estática:

$$\mathbf{R} = \frac{\mathbf{D}}{\frac{\mathbf{d}}{\mathbf{c}} + 1} \quad \text{Si } \frac{\mathbf{d}}{\mathbf{c}} < 10$$

Donde: R: Resolución  
D: Valor numérico de la división mínima de la escala.  
d: Longitud de la división de la escala.  
c: Ancho de la aguja.

$$\text{Cuando } \frac{\mathbf{d}}{\mathbf{c}} \geq 10 \text{ tendremos que: } \mathbf{R} = \frac{\mathbf{D}}{10}$$

Si el espesor de la aguja es igual al espacio entre dos divisiones consecutivas, la resolución será de 1/2 del valor numérico de la división mínima. Si cabe dos veces en el espacio entre dos divisiones, la resolución será de 1/3 y así sucesivamente. La resolución que se le puede dar a un instrumento analógico dependerá de la capacidad visual del observador, por lo que puede ser diferente.

Para la calibración de manómetros de clase de exactitud de 0,1 %, seleccionar 10 puntos de calibración, distribuidos uniformemente sobre la escala graduada a partir del 10 % de su alcance máximo.

Para manómetros de clase de exactitud menor a 0,1 % seleccionar 5 puntos de calibración distribuidos uniformemente sobre la escala graduada a partir del 10 % de su alcance máximo.

Seleccionar valores fijos en el instrumento a calibrar evitando que la aguja quede entre dos divisiones mínimas.

Anotar las lecturas obtenidas tanto del instrumento a calibrar como del patrón de referencia en la bitácora correspondiente de calibración.

Golpear ligeramente el instrumento a calibrar en cada punto de medición antes de tomar la lectura, para eliminar el error de fricción.

Tomar las lecturas observando el índice de frente al nivel de la graduación correspondiente, para evitar el error de paralelaje. Si accidentalmente se excede la presión seleccionada, regresar al punto anterior y nuevamente aumentar o disminuir la presión para tomar correctamente la lectura. Como se muestra en la figura 16.



**FIGURA 16. NOS MUESTRA COMO SE DEBE TOMAR LA LECTURA PARA EVITAR EL ERROR DE PARALELAJE.**

#### **Preparación del Instrumento a Calibrar.**

1. Colocar el instrumento a calibrar junto al patrón de referencia, dentro del área de presión, cuando menos 4 horas antes de iniciar la calibración.
2. Limpiar la parte externa del instrumento con ayuda de un paño limpio y etanol.

3. Formar una película con cinta de teflón, alrededor de la cuerda del instrumento a calibrar y colocarlo en el elemento generador de presión positiva o negativa, según sea el caso.
4. **Cuando se trate de presión positiva**, encender el manómetro digital Ametek o el manómetro digital Mensor y seleccionar la unidad de medida preferentemente en psi o  $\text{kgf}/\text{cm}^2$ , en caso de utilizar otras unidades, realizar la conversión a Pascales.
5. **Cuando se trate de presión negativa**, utilizar la bomba de vacío con el vacuómetro Mensor y registrar las lecturas en pulgadas de mercurio o psi.

### **Calibración**

6. Accionar el elemento generador de presión, que puede ser las bombas manuales, la bomba de vacío o bien el tanque de nitrógeno.
7. Llevar el instrumento en forma lenta y continua a la máxima presión de su escala y mantenerlo durante un minuto. Repetir esta operación 2 veces, con el propósito de ver fugas, estabilidad y acondicionar el instrumento a la temperatura y condiciones normales de operación.
8. Si durante este proceso se detecta variación de la indicación de presión, verificar la conexión del instrumento a calibrar y el elemento generador de presión.
9. Si durante este proceso no existe variación de presión, proceder a despresurizar el sistema con suavidad hasta la presión atmosférica.
10. En caso de que la aguja no marque cero en la escala del instrumento, llevarla a cero por medio del tornillo de ajuste, en caso de no contar con este, extraer la aguja y posicionarla manualmente a la indicación de cero.

11. Realizar 3 corridas con los puntos de medición ya seleccionados en ascenso y en descenso. Después de llegar al punto máximo de calibración, llevar el indicador al diez por ciento más de la indicación máxima de su escala y mantenerlo durante un minuto, después iniciar la medición de las lecturas en forma descendente.

### Tratamiento de Datos

Determinar la clase de exactitud del instrumento, cuando no lo especifique, con la siguiente fórmula:

Para manómetros y vacuómetros:

$$\text{Clase de exactitud} = (\text{División mínima} / \text{Alcance máximo}) * 100$$

Nota: Para instrumentos patrón de referencia dividir el valor obtenido anteriormente entre 2.

Si el número obtenido es igual a algún número de las siguientes series, clasificar el instrumento como clase A o como clase B según corresponda.

En caso de que el número obtenido no sea igual a algún número de las series, seleccionar un número inmediato superior y clasificar el instrumento a la clase que corresponda.

<b>Clase A</b>	<b>0,25</b>	<b>0,4</b>	<b>0,6</b>	<b>1,0</b>	<b>1,6</b>	<b>2,5</b>	<b>4,0</b>
<b>Clase B</b>	<b>0,2</b>	<b>0,5</b>	<b>1,0</b>	<b>2,0</b>	<b>5,0</b>		

Calcular el error máximo permisible (EMP) por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{EMP} = (\text{Clase de exactitud} \times \text{Alcance máximo}) / 100$$

Obtener el error de cada punto con la siguiente fórmula:

$$E = LI - LC$$

Donde: E = error

LI: lectura del instrumento a calibrar

LC: lectura de referencia, corregida con el informe de calibración

Determinar el Error de Escala Total (ET) mediante la siguiente fórmula: <sup>3, 29, 33</sup>

$$ET = \frac{ERROR}{VALOR DE LA ESCALA COMPLETA} \times 100$$

Evaluar la incertidumbre de la medición. El cuál se realiza en un programa de Excel versión 2007.

Realizar una gráfica con los valores del error, el error  $\pm$  la incertidumbre y su tolerancia.

#### **Interpretación de Resultados.**

El error máximo de escala total incluyendo su incertidumbre, no debe ser mayor a la clase del instrumento.

El error máximo incluyendo su incertidumbre, no debe ser mayor al error máximo permitido. De color verde para instrumentos que cumplen con especificaciones, de color rojo para instrumentos que no cumplen con especificaciones y de color amarillo para aquellos que cumplen parcialmente con especificaciones. Se recomiendan estos colores.

#### **Etiqueta e Informe de Calibración.**

Colocar la etiqueta de calibración al instrumento en un lugar visible, de acuerdo a los resultados obtenidos. Ver anexo 2.

Emitir el informe de calibración correspondiente al instrumento. Apoyarse en las tablas de la 3 a la 8 y en las figuras 18 y 20.

Transferir el instrumento ya calibrado a un anaquel identificado como "Instrumentos Calibrados". <sup>8, 18, 19, 33</sup>

## 7.2.2 LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO

1. Identificar y recibir el instrumento a calibrar.
2. Colocar en posición vertical el instrumento a calibrar durante 24 horas en el área de calibración, para homogeneizar la temperatura del termómetro con la del laboratorio y para que el líquido termométrico se concentre en el bulbo del instrumento.
3. Inspeccionar visualmente el instrumento.
4. Registrar el termómetro a calibrar en la bitácora de calibración correspondiente y determinar su clase de inmersión.
5. Seleccionar los puntos a calibrar del instrumento. Para termómetros que tengan escala abajo de cero calibrar al 50 % de esta, en cero, 50 y 90 % de la escala por arriba de cero. Para termómetros que no tengan escala abajo de cero calibrar en cero, 30, 60 y 90 % de su escala.
6. Para termómetros ASTM calibrar en los puntos indicados en la normas.<sup>10, 11, 12, 22</sup>
7. Preparar el equipo necesario dependiendo del intervalo de medición del termómetro y de los puntos de calibración seleccionados.
8. Encender el o los baños de temperatura controlada y ajustarlos a la temperatura deseada. Utilizar el baño HART SCIENTIFIC para temperaturas de -30 °C a 150 °C. Utilizar el baño NESLAB para temperaturas de 150 °C a 250 °C.
9. Preparar dos baños de punto de fusión de hielo para calibrar a 0 °C. Dejar estabilizar el baño entre 15 y 30 minutos antes de usar.<sup>12</sup>
10. Lavar con Dextrano 200 y agua destilada el termómetro a calibrar, el termómetro patrón y una varilla de acero inoxidable antes de introducirlos en el baño de punto de fusión de hielo.

11. Conectar el termómetro patrón al sensor de temperatura.
12. Introducir el termómetro patrón y el termómetro a calibrar en el baño de temperatura requerido, en la zona más estable obtenida durante la caracterización del baño.
13. Introducir en un baño de hielo previo, cuando se calibre el termómetro a 0 °C, el termómetro a calibrar, el termómetro patrón y una varilla de acero inoxidable, esperar 5 minutos, transferirlos inmediatamente a otro baño de hielo y en este realizar la calibración.
14. Colocar el termómetro auxiliar BRANNAN de división mínima de 0,1 °C junto al termómetro a calibrar, a la mitad de la distancia entre la marca de inmersión y el menisco del líquido termométrico, cuando se calibren termómetros de inmersión parcial, o cuando se calibre un termómetro de inmersión total a inmersión parcial.
15. Esperar 5 minutos una vez que se haya alcanzado la temperatura programada para que se estabilicen las temperaturas.<sup>14</sup>
16. Realizar la observación de las lecturas con una lupa con aumento de al menos 10 X.
17. Elevar ligeramente el termómetro de inmersión parcial, si es necesario, tomar la lectura e inmediatamente sumergirlo.
18. Registrar las temperaturas del termómetro a calibrar, la del termómetro auxiliar y la del termómetro de referencia en la bitácora de calibración. Repetir esta operación seis veces en las diferentes temperaturas seleccionadas. Tomar las lecturas cada 10 segundos.<sup>5</sup>
19. Repetir la medición a 0 °C después de haber calibrado a la máxima temperatura. Para termómetros de menos de 250 °C calibrar una vez que hayan alcanzado la temperatura

ambiente, para termómetros de más de 250 °C y ASTM dejar en reposo durante 72 horas.

20. En caso de no repetir la lectura en 0 °C efectuar nuevamente la calibración.
21. Evitar cambios bruscos de temperatura en los termómetros al cambiar de baño de temperatura.

### Calcular el Error del Instrumento.

Corrección por columna emergente:

Para termómetros de inmersión parcial utilizar la siguiente fórmula:

$$CCE = kn (ts - to)$$

Donde:

CCE Corrección por columna emergente.

k Coeficiente de expansión diferencial del líquido termométrico.<sup>14</sup>

Coeficiente de Hg = 0,00016. Coeficiente de R-OH = 0, 001.

n Número de grados desde la marca de inmersión hasta el menisco.

ts Temperatura especificada en la tabla del anexo I.

to Temperatura observada para la columna de mercurio emergente.

Para termómetros de inmersión total calibrados como termómetros de inmersión parcial utilizar la siguiente fórmula:

$$CCE = kn (tr - to)$$

Donde:

CCE Corrección por columna emergente

k Coeficiente de expansión diferencial del líquido termométrico.<sup>14</sup>

Coeficiente de Hg = 0,00016. Coeficiente de R-OH = 0, 001.

- n Número de grados de la columna emergente.
- tr Temperatura del patrón de referencia o del baño.
- to Temperatura promedio de los termómetros auxiliares.

Corregir las lecturas del termómetro auxiliar considerando el error reportado en su informe de calibración.

Sumar el valor promedio de la temperatura obtenida con el instrumento a calibrar y el valor promedio obtenido en la temperatura de columna emergente (CCE).

Calcular el error del instrumento a calibrar en cada punto de calibración evaluado, restando el valor promedio de sus lecturas obtenidas en la calibración al valor promedio de las lecturas del instrumento de referencia.

$$E = L - P$$

Donde:

- E Error del instrumento a calibrar.
- L Lectura del instrumento a calibrar.
- P Lectura de termómetro de referencia.

### **Criterios de Aceptación.**

El error máximo permitido para termómetros ASTM depende de la escala y la división mínima, de acuerdo a la tabla 2 de la Norma ASTM E1.<sup>10</sup>

En la verificación el termómetro debe cumplir con los criterios de aceptación establecidos en el Anexo No. 1, de no ser así se rechaza.

Determinar la incertidumbre de la medición el cuál se realiza en un programa de Excel versión 2007.<sup>7, 18, 21</sup>

### Elaborar el informe de calibración

Colocar la etiqueta de calibración en el instrumento, de acuerdo al resultado de la calibración. De color verde para instrumentos que cumplen con especificaciones, de color rojo para instrumentos que no cumplen con especificaciones y de color amarillo para aquellos que cumplen parcialmente con especificaciones. Se recomiendan esos colores. Apoyarse en las tablas de la 9 a la 16 y en las figuras 22 y 24.

Se deben utilizar las siguientes fórmulas para conversión de unidades.

$$^{\circ}\text{F} = 9/5 \text{ }^{\circ}\text{C} + 32 \quad \text{ }^{\circ}\text{C} = 5/9 (\text{ }^{\circ}\text{F} - 32) \quad \text{ }^{\circ}\text{C} = \text{ }^{\circ}\text{K} - 273,15$$

Donde:  $^{\circ}\text{F}$  Grados Fahrenheit.

$^{\circ}\text{C}$  Grados Celsius.

$^{\circ}\text{K}$  Grados Kelvin.

## 8 RESULTADOS

### 8.1 LA CALIBRACIÓN DE MANÓMETROS

BITÁCORA DE CALIBRACIÓN	
<b>CLIENTE:</b>	FES-ZARAGOZA
<b>ÁREA:</b>	ANALÍTICA
<b>No. DE INFORME:</b>	F-01
<b>IDENTIFICACIÓN:</b>	M-01
<b>INSTRUMENTO:</b>	MANÓMETRO
	<b>Alcance:</b> 0-150 psi
	<b>División mínima:</b> 1 psi
	<b>Marca:</b> ASHCROFT
	<b>Modelo:</b> N/E
	<b>No. de serie:</b> S/N
<b>INSPECCIÓN VISUAL:</b>	El instrumento cumple con las características físicas para la calibración.
<b>AJUSTES:</b>	SI <input checked="" type="checkbox"/> NO <input type="checkbox"/>

Figura 17. Muestra los datos del Manómetro Ashcroft antes de la calibración

PRESIÓN DE REFERENCIA CORREGIDA						
ASCENSO	DESCENSO	ASCENSO	DESCENSO	ASCENSO	DESCENSO	PROMEDIO
LECTURA 1	LECTURA 1	LECTURA 2	LECTURA 2	LECTURA 3	LECTURA 3	
psi	psi	psi	psi	psi	psi	psi
10,155	10,225	10,335	10,175	10,345	10,245	10,247
39,965	39,895	40,025	39,895	39,975	39,696	39,908
79,488	79,259	79,468	79,229	79,418	79,119	79,330
119,031	119,230	118,941	118,971	119,011	119,210	119,066
148,671	148,661	148,701	148,731	148,691	148,711	148,694

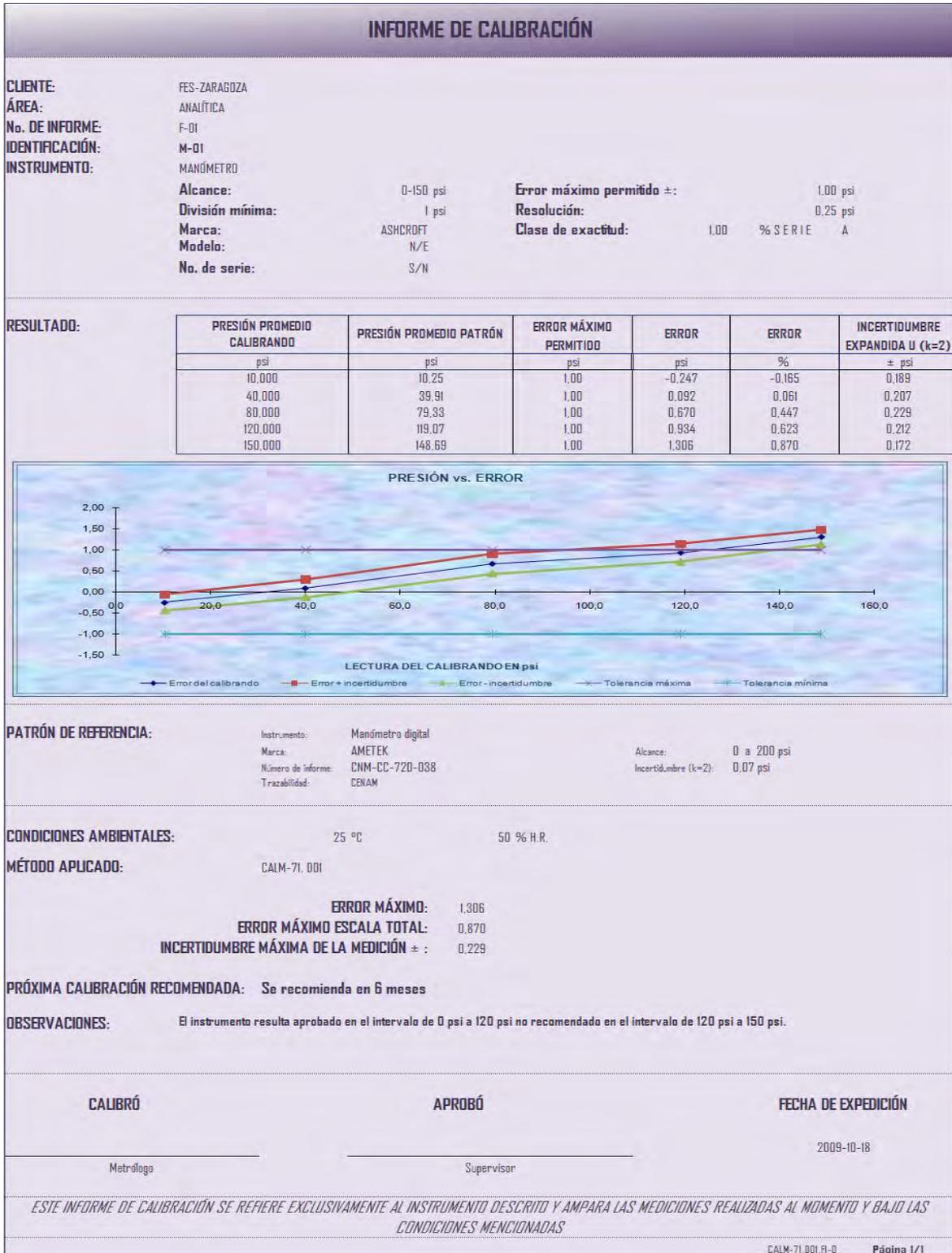
Tabla 3. Muestra los datos experimentales de presión del Manómetro Ashcroft

PRESIÓN DE REFERENCIA CORREGIDA						
ASCENSO LECTURA 1	DESCENSO LECTURA 1	ASCENSO LECTURA 2	DESCENSO LECTURA 2	ASCENSO LECTURA 3	DESCENSO LECTURA 3	PROMEDIO
psi	psi	psi	psi	psi	psi	psi
10,155	10,225	10,335	10,175	10,345	10,245	10,247
39,965	39,895	40,025	39,895	39,975	39,696	39,908
79,488	79,259	79,468	79,229	79,418	79,119	79,330
119,031	119,230	118,941	118,971	119,011	119,210	119,066
148,671	148,661	148,701	148,731	148,691	148,711	148,694

**Tabla 4. Muestra los datos experimentales del Manómetro patrón Ametek**

CALCULO DE INCERTIDUMBRE									
DESVIACION ESTANDAR	FACTORES DE INFLUENCIA				FACTORES DE INFLUENCIA AL CUADRADO			INCERTIDUMBRE	
	TIPO A	TIPO B	HISTERISIS	POR RESOLUCIÓN	TIPO A	TIPO B	RESOLUCIÓN	COMBINADA	EXPANDIDA
S	UA	UB	UH	UR	UA <sup>2</sup>	UB <sup>2</sup>	UR <sup>2</sup>	UC ±	U ±
psi	psi	psi	psi	psi	psi	psi	psi	psi	psi
0,079	0,041	0,045	NO	0,072	0,002	0,002	0,005	0,094	0,189
0,115	0,059	0,045	APUCA	0,072	0,004	0,002	0,005	0,104	0,207
0,149	0,077	0,045		0,072	0,006	0,002	0,005	0,115	0,229
0,124	0,064	0,045		0,072	0,004	0,002	0,005	0,106	0,212
0,026	0,013	0,045		0,072	0,000	0,002	0,005	0,086	0,172

**Tabla 5. Muestra los datos experimentales para el cálculo de la incertidumbre de la medición para el Manómetro Ashcroft utilizando un programa de Excel 2007**



**Figura 18.** Muestra el informe de calibración para el Manómetro Ashcroft con intervalo de medición de 0 psi a 150 psi. Donde se muestra el error y la incertidumbre de la medición

## 8.2 LA CALIBRACIÓN DE VACUÓMETROS

BITÁCORA DE CALIBRACIÓN	
<b>CLIENTE:</b>	FES-ZARAGOZA
<b>ÁREA:</b>	ANALÍTICA
<b>No. DE INFORME:</b>	F-02
<b>IDENTIFICACIÓN:</b>	V-01
<b>INSTRUMENTO:</b>	VACUÓMETRO
<b>Alcance:</b>	0-14,73 psi
<b>División mínima:</b>	0,25 psi
<b>Marca:</b>	WEKSLER
<b>Modelo:</b>	N/E
<b>No. de serie:</b>	S/N
<b>INSPECCIÓN VISUAL:</b>	El instrumento cumple con las características físicas para la calibración.
<b>AJUSTES:</b>	SI <input checked="" type="checkbox"/> <del>NO</del>

Figura 19. Muestra los datos del Vacuómetro Weksler antes de la calibración

PRESIÓN DEL MESURANDO						
ASCENSO	DESCENSO	ASCENSO	DESCENSO	ASCENSO	DESCENSO	PROMEDIO
LECTURA 1	LECTURA 1	LECTURA 2	LECTURA 2	LECTURA 3	LECTURA 3	
psi	psi	psi	psi	psi	psi	psi
2,456	2,456	2,456	2,456	2,456	2,456	2,456
4,912	4,912	4,912	4,912	4,912	4,912	4,912
7,367	7,367	7,367	7,367	7,367	7,367	7,367
9,823	9,823	9,823	9,823	9,823	9,823	9,823
11,297	11,297	11,297	11,297	11,297	11,297	11,297

Tabla 6. Muestra los datos experimentales de presión del Vacuómetro Weksler

PRESIÓN DE REFERENCIA CORREGIDA						
ASCENSO	DESCENSO	ASCENSO	DESCENSO	ASCENSO	DESCENSO	PROMEDIO
LECTURA 1	LECTURA 1	LECTURA 2	LECTURA 2	LECTURA 3	LECTURA 3	
psi	psi	psi	psi	psi	psi	psi
2,335	2,241	2,302	2,234	2,313	2,229	2,275
4,783	4,721	4,713	4,684	4,775	4,696	4,729
7,200	7,147	7,182	7,118	7,184	7,126	7,160
9,690	9,628	9,623	9,603	9,639	9,608	9,632
11,173	11,106	11,141	11,104	11,167	11,105	11,133

**Tabla 7. Muestra los datos experimentales de presión del Vacuómetro patrón Mensor**

CALCULO DE INCERTIDUMBRE									
DESVIACION ESTANDAR	FACTORES DE INFLUENCIA				FACTORES DE INFLUENCIA AL CUADRADO			INCERTIDUMBRE	
	TIPO A	TIPO B	HISTERISIS	POR RESOLUCIÓN	TIPO A	TIPO B	RESOLUCIÓN	COMBINADA	EXPANDIDA
S	UA	UB	UH	UR	UA <sup>2</sup>	UB <sup>2</sup>	UR <sup>2</sup>	UC ±	U ±
psi	psi	psi	psi	psi	psi	psi		psi	psi
0,046	0,024	0,001	NO	0,036	0,001	0,000	0,001	0,043	0,086
0,041	0,021	0,001	APLICA	0,036	0,000	0,000	0,001	0,042	0,084
0,034	0,017	0,001		0,036	0,000	0,000	0,001	0,040	0,080
0,031	0,016	0,001		0,036	0,000	0,000	0,001	0,040	0,079
0,032	0,016	0,001		0,036	0,000	0,000	0,001	0,040	0,079

**Tabla 8. Muestra los datos experimentales para el cálculo de la incertidumbre de la medición para el Vacuómetro Weksler utilizando un programa de Excel 2007**

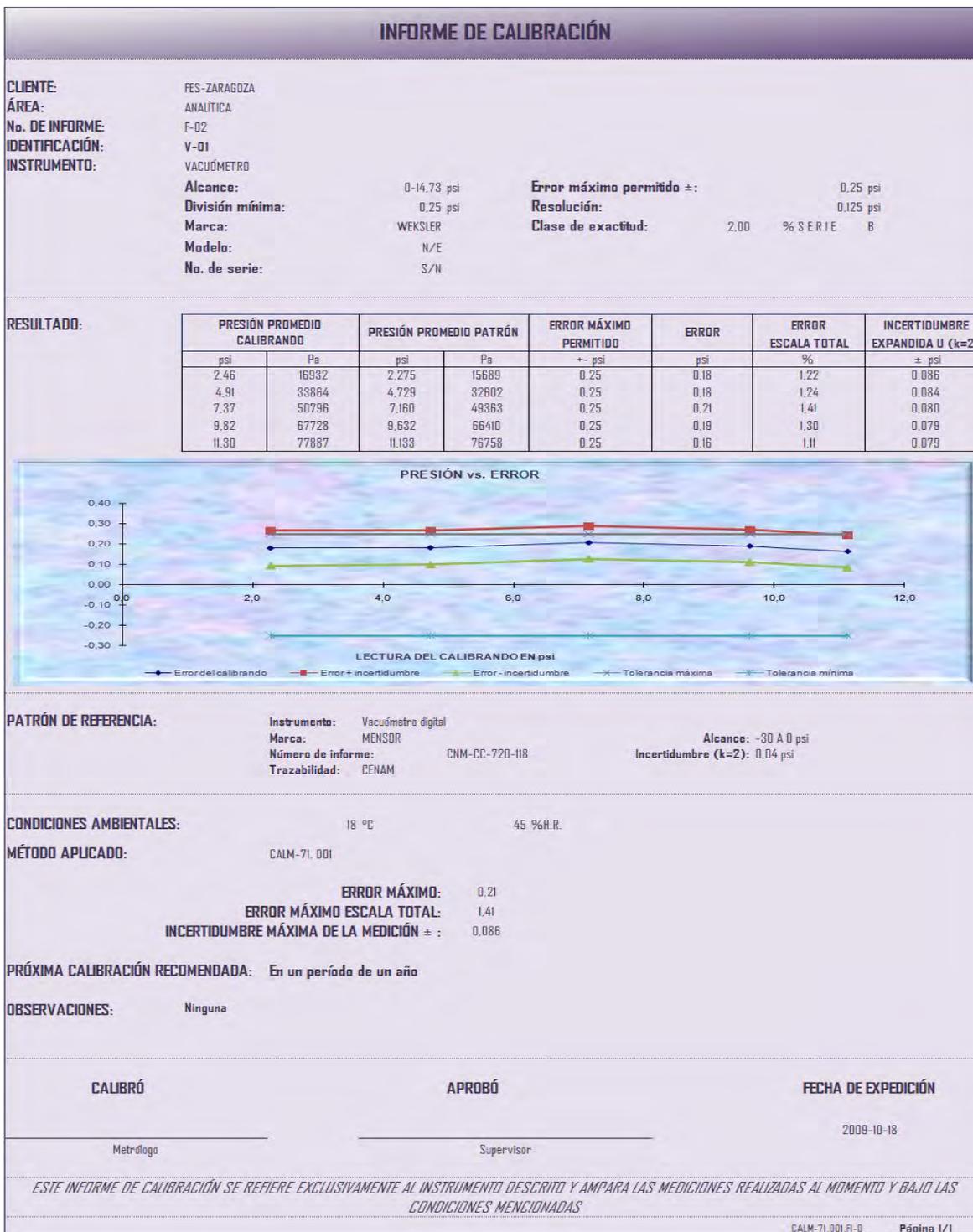


Figura 20. Muestra el informe de calibración para el Vacuómetro Weksler con intervalo de medición de 0 psi a 14,73 psi. Donde se muestra el error y la incertidumbre de la medición

### 8.3 LA CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS DE INMERSIÓN PARCIAL Y TOTAL

<b>BITÁCORA DE CALIBRACIÓN</b>	
<b>CLIENTE:</b>	FES-ZARAGOZA
<b>ÁREA:</b>	ANALÍTICA
<b>No. DE INFORME:</b>	F-03
<b>IDENTIFICACIÓN:</b>	T-01
<b>INSTRUMENTO:</b>	TERMÓMETRO DE LÍQUIDO EN VIDRIO
<b>Alcance:</b>	20-50 °C
<b>División mínima:</b>	0.1 °C
<b>Marca:</b>	PRINCO
<b>Modelo:</b>	N/E
<b>No. de serie:</b>	687816
<b>Tipo</b>	INMERSIÓN PARCIAL
<b>INSPECCIÓN VISUAL:</b>	El instrumento cumple con las características físicas para la calibración.
<b>AJUSTES:</b>	SI <del>NO</del>

Figura 21. Muestra los datos del Termómetro Princo de Inmersión Parcial antes de la calibración

<b>LECTURA CORREGIDA DEL INSTRUMENTO (°C)</b>						
1a.	2a.	3a.	4a.	5a.	6a.	PROMEDIO
20,003	20,003	20,003	20,003	20,003	20,003	20,003
30,005	30,005	30,005	30,005	30,005	30,005	30,005
40,005	40,005	40,005	40,005	40,005	40,005	40,005
50,002	50,002	50,002	50,002	50,002	50,002	50,002
51,002	51,002	51,002	51,002	51,002	51,002	51,002

Tabla 9. Muestra los datos experimentales de temperatura del Termómetro Princo de Inmersión Parcial

LECTURA DE REFERENCIA (°C)						
1a.	2a.	3a.	4a.	5a.	6a.	PROMEDIO
20,017	20,015	20,014	20,014	20,012	20,012	20,014
30,055	30,051	30,058	30,059	30,058	30,059	30,057
40,061	40,062	40,057	40,057	40,058	40,058	40,059
50,082	50,082	50,082	50,081	50,087	50,084	50,083
50,082	50,082	50,082	50,081	50,087	50,084	50,083

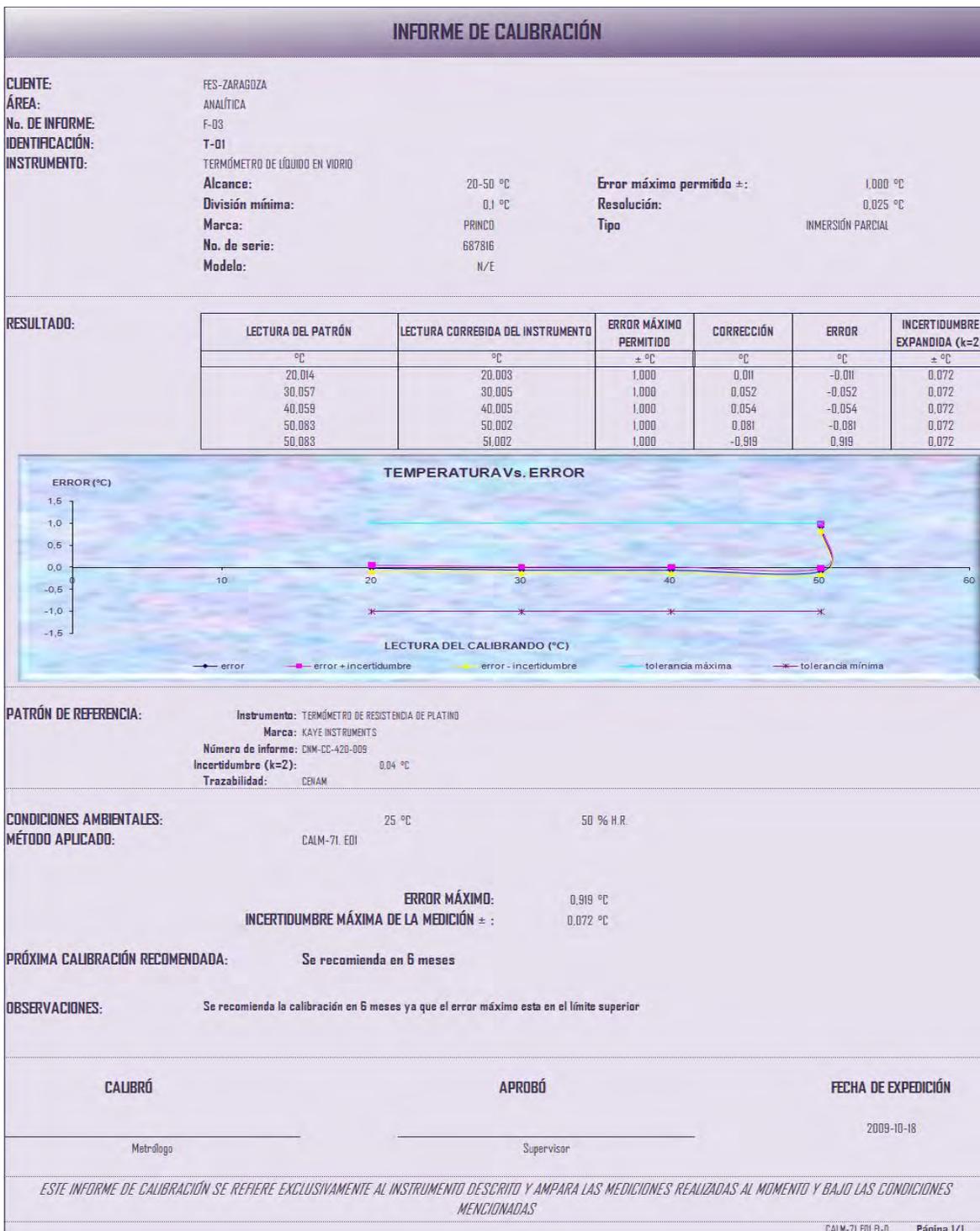
**Tabla 10. Muestra los datos experimentales de temperatura del Termómetro Patrón de Resistencia de Platino KAYE Instruments**

ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE								
FACTORES DE INFLUENCIA								
DESVIACION ESTÁNDAR	TIPO A	PATRON KAYE	PATRON ASL	RESOLUCION	BAÑO EXACAL	BAÑO HART	BAÑO HIELO	COLUMNA EMERGENTE
S	UA	UB	UB	UR	UBT	UBT	UH	UCCE
	± °C	± °C	± °C	± °C	± °C	± °C	± °C	± °C
0,000	0,000	0,006	0,010	0,014	0,021	0,000	0,020	0,010
0,000	0,000	0,006	0,010	0,014	0,021	0,000	0,020	0,010
0,000	0,000	0,006	0,010	0,014	0,021	0,000	0,020	0,010
0,000	0,000	0,006	0,010	0,014	0,021	0,000	0,020	0,010
0,000	0,000	0,006	0,010	0,014	0,021	0,000	0,020	0,010

**Tabla 11. Muestra los datos experimentales para el cálculo de la incertidumbre de la medición para el Termómetro Princo de inmersión parcial utilizando un programa de Excel 2007**

ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE								INCERTIDUMBRE	
VARIABLES DE INFLUENCIA ELEVADOS AL CUADRADO								COMBINADA	EXPANDIDA k=2
UA <sup>2</sup>	UB <sup>2</sup> KAYE	UB <sup>2</sup> ASL	UR <sup>2</sup>	UBT <sup>2</sup>	UBT <sup>2</sup>	UH <sup>2</sup>	UCCE <sup>2</sup>	± °C	± °C
0,0000	0,0000	0,0001	0,0002	0,0004	0,0000	0,0004	0,0001	0,036	0,0717031
0,0000	0,0000	0,0001	0,0002	0,0004	0,0000	0,0004	0,0001	0,036	0,0717031
0,0000	0,0000	0,0001	0,0002	0,0004	0,0000	0,0004	0,0001	0,036	0,0717031
0,0000	0,0000	0,0001	0,0002	0,0004	0,0000	0,0004	0,0001	0,036	0,0717031
0,0000	0,0000	0,0001	0,0002	0,0004	0,0000	0,0004	0,0001	0,036	0,0717031

**Tabla 12. Muestra los datos experimentales para el cálculo de la incertidumbre de la medición para el Termómetro Princo de inmersión parcial utilizando un programa de Excel 2007**



**Figura 22.** Muestra el informe de calibración para el Termómetro Princo de inmersión parcial con intervalo de medición de 20 °C a 50 °C, donde se muestra el error y la incertidumbre de la medición en el intervalo

BITÁCORA DE CALIBRACIÓN	
<b>CLIENTE:</b>	FES-ZARAGOZA
<b>ÁREA:</b>	ANALÍTICA
<b>No. DE INFORME:</b>	F-04
<b>IDENTIFICACIÓN:</b>	T-02
<b>INSTRUMENTO:</b>	TERMÓMETRO DE LÍQUIDO EN VIDRIO
	<b>Alcance:</b> -10 A 260 °C
	<b>División mínima:</b> 1 °C
	<b>Marca:</b> BRANNAN
	<b>Modelo:</b> N/E
	<b>No. de serie:</b> S/S
	<b>Tipo:</b> INMERSIÓN TOTAL
<b>INSPECCIÓN VISUAL:</b>	El instrumento cumple con las características físicas para la calibración.
<b>AJUSTES:</b>	SI <input checked="" type="checkbox"/> <del>NO</del> <input type="checkbox"/>

Figura 23. Muestra los datos del Termómetro Brannan de Inmersión Total antes de la calibración

LECTURA CORREGIDA DEL INSTRUMENTO (°C)						
1a.	2a.	3a.	4a.	5a.	6a.	PROMEDIO
-15,25	-15,25	-15,25	-15,25	-15,25	-15,25	-15,25
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
80,25	80,25	80,25	80,25	80,25	80,25	80,25
160,25	160,25	160,25	160,25	160,25	160,25	160,25
240,50	240,50	240,50	240,50	240,50	240,50	240,50

Tabla 13. Muestra los datos experimentales de temperatura del Termómetro Brannan de Inmersión Total

LECTURA DE REFERENCIA (°C)						
1a.	2a.	3a.	4a.	5a.	6a.	PROMEDIO
-15,250	-15,250	-15,250	-15,250	-15,250	-15,250	-15,250
0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
80,250	80,250	80,250	80,250	80,250	80,250	80,250
160,250	160,250	160,250	160,250	160,250	160,250	160,250
240,500	240,500	240,500	240,500	240,500	240,500	240,500

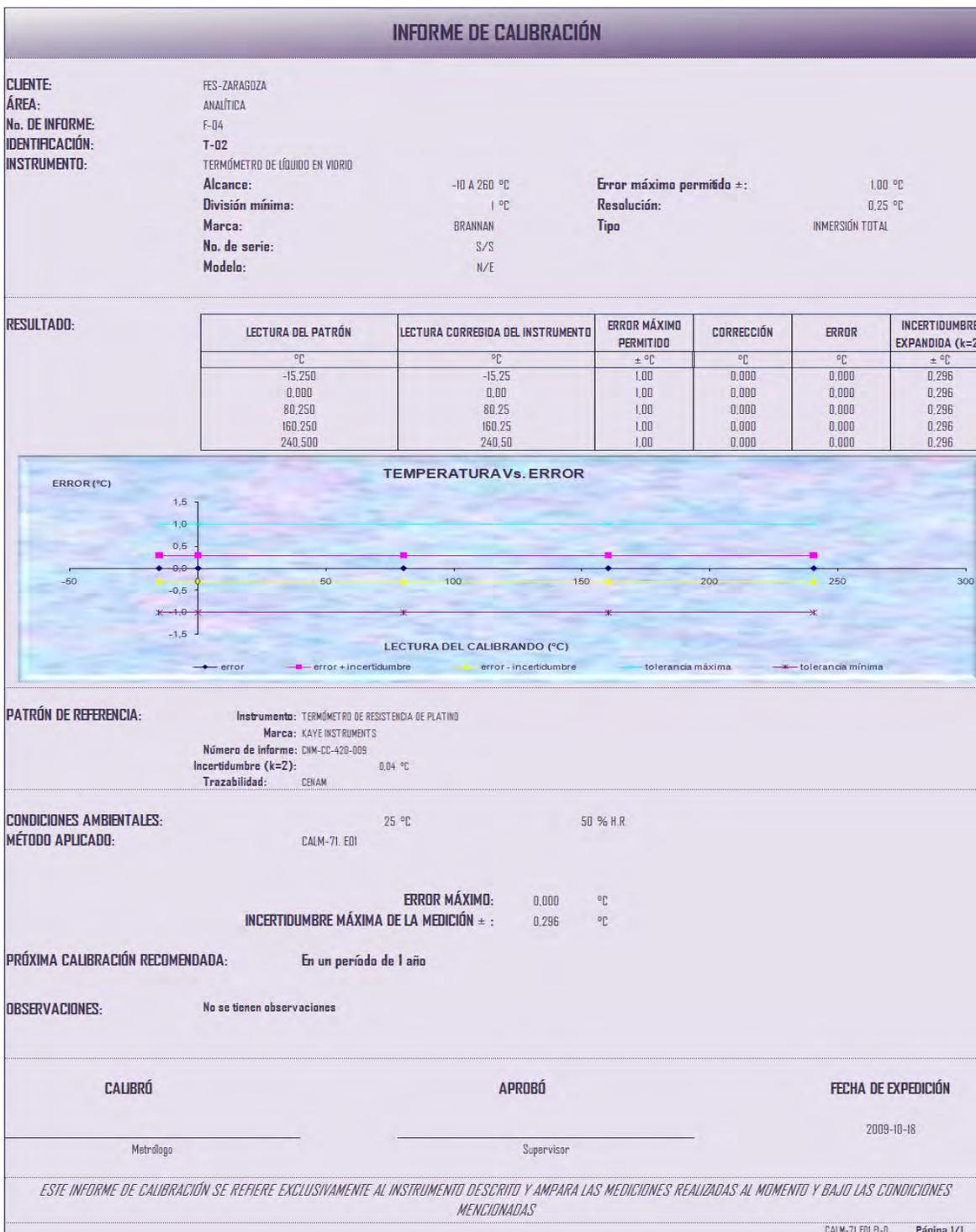
**Tabla 14. Muestra los datos experimentales de temperatura del Termómetro Patrón de Resistencia de Platino KAYE Instruments**

ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE								
FACTORES DE INFLUENCIA								
DESVIACION ESTÁNDAR	TIPO A	PATRON KAYE	PATRON ASL	RESOLUCION	BAÑO EXACAL	BAÑO HART	BAÑO HIELO	COLUMNA EMERGENTE
S	UA ± °C	UB ± °C	UB ± °C	UR ± °C	UBT ± °C	UBT ± °C	UH ± °C	UCCE ± °C
0,0000	0,0000	0,0060	0,0100	0,1443	0,0210	0,0000	0,0200	0,0100
0,0000	0,0000	0,0060	0,0100	0,1443	0,0210	0,0000	0,0200	0,0100
0,0000	0,0000	0,0060	0,0100	0,1443	0,0210	0,0000	0,0200	0,0100
0,0000	0,0000	0,0060	0,0100	0,1443	0,0210	0,0000	0,0200	0,0100
0,0000	0,0000	0,0060	0,0100	0,1443	0,0210	0,0000	0,0200	0,0100

**Tabla 15. Muestra los datos experimentales para el cálculo de la incertidumbre de la medición para el Termómetro Brannan de Inmersión Total utilizando un programa de Excel 2007**

ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE								INCERTIDUMBRE	
VARIABLES DE INFLUENCIA ELEVADOS AL CUARADO								COMBINADA	EXPANDIDA k=2
UA <sup>2</sup>	UB <sup>2</sup> KAYE	UB <sup>2</sup> ASL	UR <sup>2</sup>	UBT <sup>2</sup>	UBT <sup>2</sup>	UH <sup>2</sup>	UCCE <sup>2</sup>	± °C	± °C
0,0000	0,0000	0,0001	0,0208	0,0004	0,0000	0,0004	0,0001	0,1480	0,2960
0,0000	0,0000	0,0001	0,0208	0,0004	0,0000	0,0004	0,0001	0,1480	0,2960
0,0000	0,0000	0,0001	0,0208	0,0004	0,0000	0,0004	0,0001	0,1480	0,2960
0,0000	0,0000	0,0001	0,0208	0,0004	0,0000	0,0004	0,0001	0,1480	0,2960
0,0000	0,0000	0,0001	0,0208	0,0004	0,0000	0,0004	0,0001	0,1480	0,2960

**Tabla 16. Muestra los datos experimentales para el cálculo de la incertidumbre de la medición para el Termómetro Brannan de Inmersión Total utilizando un programa de Excel 2007**



**Figura 24.** Muestra el informe de calibración para el Termómetro Brannan de Inmersión Total con intervalo de medición de -10 °C a 260 °C, donde se muestra el error y la incertidumbre de la medición en el intervalo

## 9 DISCUSIÓN

De acuerdo con los resultados obtenidos el método propuesto permite de una manera sencilla y práctica la calibración de los instrumentos, demostrando que con los patrones utilizados, y las condiciones ambientales es posible realizarla. Pero tiene sus limitantes ya que para la calibración de manómetros el método es para un intervalo de presión de 0 psi a 1 000 psi. Así como se deben tener controles de temperatura y humedad. En la presión negativa la limitante es la presión atmosférica ya que en la ciudad de México debido a la altura sólo se puede realizar la calibración a -23 inHg.

En la calibración de temperatura el intervalo que se maneja fue  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ . es posible aumentar los intervalos de medición para lo cual es necesario contar con el equipo necesario y las condiciones para realizarlo. El método aunque está diseñado para termómetros de inmersión total, se utiliza para termómetros de inmersión parcial e inmersión completa.

Se propuso un método que sirve de guía y apoyo para las empresas que buscan realizar sus propias calibraciones sin requerir de servicios externos. Pero si lo que se busca es la acreditación este trabajo sirve solo de apoyo debido a los requisitos que se tiene que cubrir de acuerdo a la normatividad vigente.

En este trabajo no se consideró la explicación del cálculo de incertidumbre, por lo que para realizar el cálculo es necesario que se tenga capacitación en estadística y en la comprensión de la influencia de cada factor de incertidumbre en el lugar en donde se implemente el método, además para los cálculos existen guías que deben consultarse, lo cual resulta impráctico para este trabajo, además de que no es el objetivo del mismo. El cálculo de la

incertidumbre sólo es para los instrumentos considerados y con las condiciones referidas ya que cada laboratorio de Metrología aún tratándose del mismo instrumento debe realizar el cálculo de incertidumbre de sus variables de respuesta.

Los resultados nos muestran que es posible determinar el error de los instrumentos (ver anexo I) y la incertidumbre con un nivel de confianza del 95 %  $k=2$  bajo las condiciones especificadas, el método y los materiales propuestos.

## 10 CONCLUSIONES

La hipótesis fue comprobada ya que con el método propuesto es posible determinar el error de las mediciones y garantizar resultados de calidad.

La calibración de manómetros, es posible bajo las condiciones especificadas y con el método propuesto.

Con el método propuesto también es posible la calibración de vacuómetros teniendo como limitante el vacío que se alcanza en la Cd. de México de -23 inHg aproximadamente que es el punto máximo de calibración.

Se concluye que el método que se presenta o se propone sirve para la calibración de los termómetros de líquido de inmersión parcial, total y completa. Con valores de incertidumbres menores a un cuarto del valor del error máximo permitido, que son aceptables de acuerdo a la normatividad vigente que son válidos para ambos casos.

## 11 PROPUESTAS Y RECOMENDACIONES

Se recomienda la revisión de las normas actuales antes de implementar el método ya que cambian en un período de tiempo aproximado de 10 años.

Se propone que antes de realizar las calibraciones el personal tome capacitación en lo referente a normatividad, estadística, métodos de calibración y cálculo de incertidumbre, y que se implemente el método así como realizar  $n$  repeticiones hasta que los resultados sean consistentes.

Se recomienda la calibración de estos instrumentos cuando el resultado de las mediciones se tome como referencia para la determinación de las características del producto intencionado.

Con este método se propone realizar la calibración de termómetros de líquido en vidrio de inmersión total.

Para los termómetros de líquido en vidrio se recomienda cada 6 meses o en un período máximo de 25 meses de acuerdo con las condiciones de uso.

Se recomienda la calibración de los manómetros y vacuómetros cada 12 meses o en un período máximo de 25 meses.

El método con las modificaciones pertinentes puede hacerse aplicable a manómetros de presión diferencial y termómetros bimetálicos.

No se recomienda la calibración de los vacuómetros y los manómetros cuando:

La aguja indicadora no marque cero, no sean legibles los números, el vidrio protector este quebrado o roto, o se haya excedido la presión de manera que la aguja indicadora ya no regrese a cero o se encuentre el instrumento golpeado.

Para mediciones en donde la presión es inestable se recomienda manómetros o vacuómetros rellenos de líquido.

No se recomienda la calibración para los termómetros de líquido en vidrio que:

Estén rotos de la columna o de las cámaras.

Que no sea legible la escala.

Con columnas de líquido termométrico separadas que por ningún método haya sido posible unir.

Con líquido termométrico en la(s) cámara(s).

## 12 ANEXOS

### 12.1 ANEXO 1

CRITERIOS DE ACEPTACIÓN PARA TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO DE USO GENERAL PARA MEDICIONES DE BAJA EXACTITUD. (PUBLICACIÓN TÉCNICA CNM-MET-PT-011.CENAM)

ALCANCE NOMINAL	DIVISIÓN DE LA ESCALA	LONGITUD MÁXIMA	LONGITUD DE LA ESCALA	INMERSIÓN TOTAL	INMERSIÓN PARCIAL	
				ERROR MÁXIMO	ERROR MÁXIMO	ts
°C	°C	mm	mm	°C	°C	°C
-100 a 30	1	305	180	2	*	*
-35 a 30	0,5	305	180	1	1,5	20
0 a 60	0,5	305	180	0,5	0,5	20
0 a 100	1	305	180	1	1,5	35
0 a 160	1	305	180	2	3	35
0 a 250	1	305	180	2	3	35
0 a 160	2	305	180	4	6	50
0 a 500	5	350	180	10	15	75

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

\*\*ts es una constante de temperatura

CRITERIOS DE ACEPTACIÓN PARA TERMÓMETROS DE LÍQUIDO EN VIDRIO DE USO GENERAL PARA MEDICIONES DE ALTA EXACTITUD. <sup>5</sup>

ALCANCE NOMINAL	DIVISIÓN DE LA ESCALA	LONGITUD MÁXIMA	LONGITUD DE LA ESCALA	INMERSIÓN TOTAL	INMERSIÓN PARCIAL	
				ERROR MÁXIMO	ERROR MÁXIMO	ts
°C	°C	mm	mm	°C	°C	°C
-100 a 50	1	305	200	2	-	-
-50 a 50	1	305	150	2	-	-
-1 a 51	0,1	460	300	0,3	1	20
-1 a 101	0,1	610	500	0,3	1	35
-1 a 201	0,2	610	500	0,4 °C hasta 100 °C 0,5 °C arriba de 100 °C	1 °C hasta 100 °C 1,5 °C arriba de 100 °C	35
-35 a 50	1	305	200	0,5	1	20
-20 a 110	1	305	200	0,5	1	35
-20 a 150	1	305	200	0,5	1	35
-10 a 260	1	405	250	0,5 °C hasta 100 °C 1,0 °C arriba de 100 °C	1 °C hasta 100 °C 1,5 °C arriba de 100 °C	35
-10 a 400	2	405	250	2,0 °C hasta 300 °C 4 °C arriba de 300 °C	2,5 °C hasta 300 °C 5 °C arriba de 300 °C	50
-10 a 500	2	405	250	2,0 °C hasta 300 °C 4 °C arriba de 300 °C	2,5 °C hasta 300 °C 5 °C arriba de 300 °C	75

## 12.2 ANEXO 2

### PROPUESTA DE ETIQUETAS DE CALIBRACIÓN

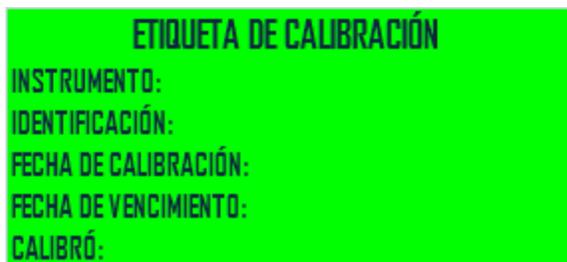


Figura 25. Etiqueta de calibración para instrumento aprobado en todo el intervalo de medición.

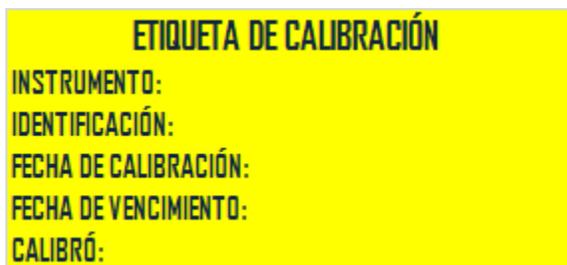


Figura 26. Etiqueta de calibración para instrumento aprobado parcial.



Figura 27. Etiqueta de calibración para instrumento no aprobado.

## 13 REFERENCIAS

- 1 Centro Nacional de Metrología. Vocabulario internacional de términos fundamentales y generales de metrología. Querétaro: CENAM; 1996. CNM-MMM-PT-001: 35-44
- 2 NMX-Z-60-SCFI-1994 Mediciones de presión terminología: 1-2, 16
- 3 NDM-013-SCFI-1993 Instrumentos de medición manómetros con elemento elástico – Especificaciones y métodos de prueba: 3-4, 7, 11
- 4 NMX-CH-003-SCFI-1993 Instrumentos de medición - manómetros de presión, vacuómetros y manovacúómetros indicadores y registradores con elementos sensores elásticos (instrumentos ordinarios): 13-14
- 5 Centro Nacional de Metrología. Termometría de líquido en capilares de vidrio. Querétaro: CENAM; 1998. CNM-MET-PT-011: 10,35-36
- 6 NDM-011-SCFI-1993. Instrumentos de medición – Termómetros de líquido en vidrio para uso general: 3-6
- 7 Centro Nacional de Metrología. Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en la calibración de termómetros de líquido en vidrio en baños de líquido controlado térmicamente. Querétaro: CENAM; 2008. Serie de informes técnicos: 1-57
- 8 Centro Nacional de Metrología. Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en los servicios de calibración de manómetros, transductores y transmisores de presión de elemento elástico. Querétaro: CENAM; 2008. Serie de informes técnicos: 1-24
- 9 Lazos R. Mediciones confiables en la práctica de la Ingeniería [video]. Querétaro: CENAM; 2006
- 10 ASTM-E1-03a: "Standard specification for ASTM liquid-in-glass thermometers"
- 11 ASTM-E77-98-2003: "Standard test method for inspection and verification of thermometers"

- 
- 12 ASTM E563-02: "Standard practice for preparation and use of an ice bath as a reference temperature"
  - 13 NDM-008-SCFI-2002: "Sistema general de unidades de medida"
  - 14 NDM-011-SCFI-2004: "Instrumentos de medición – Termómetros de líquido en vidrio para uso general- Especificaciones y métodos de prueba": 1-14
  - 15 OIMLR133, Liquid-in-glass thermometers, international recommendation
  - 16 NIST. Liquid-in-glass thermometer calibration service. NIST; 1988
  - 17 BIPM. Techniques for approximating the international temperature scale of 1990. BIPM; 1997
  - 18 NMX-CH-140-IMNC-2002: "Guía para la expresión de la incertidumbre en las mediciones"
  - 19 Entidad Mexicana de Acreditación. Políticas referentes a la trazabilidad e incertidumbre de las mediciones. EMA. Serie Documentos
  - 20 NMX-CC-9000-IMNC-2000 Sistemas de gestión de la calidad – Fundamentos y vocabulario
  - 21 NISTIR 5341 "Assessment of uncertainty in glass thermometers calibrations at the national institute of standards and technology"
  - 22 ASTM-E1-91a, Standard Specification for ASTM thermometers
  - 23 ISO-386, Liquid-in-glass laboratory thermometers-Principles of design, construction and use
  - 24 Ley Federal Sobre Metrología y Normalización (Diario Oficial de la Federación, 30-04, 2009)
  - 25 NMX-EC-17025-IMNC-2006, Requisitos generales para la competencia técnica de los laboratorios de ensayo y pruebas
  - 26 NMX-CH-064-1996. Terminología de metrología de presión
  - 27 NMX-Z-055-1997-IMNC IMNC Metrología – Vocabulario de términos fundamentales y generales; equivalente al documento International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1993

- 
- 28 NMX-CC-10012-IMNC-2003 Sistema de gestión de las mediciones – Requisitos para procesos de medición y equipos de medición
  - 29 NOM-013-SCFI-2004 Instrumentos de medición manómetros con elemento elástico – Especificaciones y métodos de prueba
  - 30 NOM-059-SSAI-1993 Buenas prácticas de fabricación para establecimientos de la industria química farmacéutica dedicados a la fabricación de medicamentos
  - 31 NOM-059-SSAI-2006 Buenas prácticas de fabricación para establecimientos de la industria química farmacéutica dedicados a la fabricación de medicamentos
  - 32 Centro Nacional de Metrología. El sistema internacional de unidades (SI). Querétaro: CENAM; 2003. CNM-MMM-PT-003
  - 33 NMX-CH-058-1994 Instrumentos de medición – Manómetros con elemento elástico – Método de calibración con balanzas de pesos muertos
  - 34 ISO 9000:2005 Sistema de gestión de la calidad-Fundamentos y vocabulario
  - 35 ISO 9000:2000 Sistema de gestión de la calidad-Requisitos
  - 36 ISO 9001:2008 Sistema de gestión de la calidad-Requisitos
  - 37 Centro Nacional de Metrología, Entidad Metrología Mexicana. Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en la medición de presión con manómetros. México: CENAM, EMA; 2004. Serie de informes técnicos: 6-16
  - 38 Código federal de regulaciones parte 58
  - 39 WIKA. Manómetros con elementos elásticos. Cd. de México: WIKA; 2004. Información técnica IN 00.01: 1