

GUÍA TÉCNICA SOBRE TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN EN LA CALIBRACIÓN DE HIGRÓMETROS DE HUMEDAD RELATIVA

México, Abril 2008

Derechos reservados ©

PRESENTACIÓN

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

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

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

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

La elaboración de las Guías está vinculada con la responsabilidad que comparten mutuamente los laboratorios acreditados de calibración y de ensayo, de ofrecer servicios con validez técnica en el marco de la evaluación de la conformidad. La calidad de estos

servicios se apoya en la confiabilidad y uniformidad de las mediciones, cuyo fundamento está establecido en la trazabilidad y en la incertidumbre de las mismas. Los que ejercitan la evaluación de la competencia técnica de los laboratorios, así como los que realizan la práctica rutinaria de los servicios acreditados de calibración y ensayo, encontrarán en las Guías una referencia técnica de apoyo para el aseguramiento de las mediciones.

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

Dr. Héctor O. Nava Jaimes

Director General

Centro Nacional de Metrología

María Isabel López Martínez

Directora Ejecutiva

entidad mexicana de acreditación a.c.

Grupo de Trabajo que participó en la elaboración de esta Guía:

ARANDA CONTRERAS, Víctor, METAS, S.A. de C. V.

GONZÁLEZ, Juan Arturo, NYSCO de México, S.A. de C.V.

MARTÍNEZ LÓPEZ, Enrique, CENAM

ÍNDICE

	página
PRESENTACIÓN	2
GRUPO DE TRABAJO QUE PARTICIPÓ EN LA ELABORACIÓN	4
ÍNDICE	5
1. PROPÓSITO DE LA GUÍA TÉCNICA	6
2. ALCANCE DE LA GUÍA	6
3. MENSURANDO	7
4. MÉTODO Y SISTEMA DE MEDICIÓN	10
5. TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES	13
6. INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN	15
7. VALIDACIÓN DE MÉTODOS	17
8. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	17
9. ANEXOS	19

1. PROPÓSITO DE LA GUÍA TÉCNICA

La presente Guía tiene como finalidad orientar sobre:

- a) los métodos para estimar la incertidumbre de medición,
- b) los requisitos para demostrar trazabilidad en los servicios de calibración de higrómetros de humedad relativa, y
- c) los criterios para evaluar la estimación de incertidumbre de medición y la declaración de trazabilidad de laboratorios secundarios acreditados y por acreditar en esta magnitud de medición.

En ella se describen los elementos básicos de un sistema de calibración de higrómetros de humedad relativa, resaltando aspectos de trazabilidad e incertidumbre. Estos criterios y requisitos deben ser observados durante la evaluación de un laboratorio de calibración para acreditación, su renovación o su seguimiento.

Los ejemplos que se describen en esta Guía fueron seleccionados de tal manera que permitan resaltar los aspectos de trazabilidad e incertidumbre que deben ser considerados por los laboratorios de calibración en el proceso de evaluación.

Notas aclaratorias

- 1) Esta Guía Técnica se aplica para la calibración de medidores de humedad relativa por comparación contra un higrómetro de referencia empleando una cámara de generación de humedad.
- 2) Esta Guía considera el uso de sales saturadas sólo como un método de generación de humedad y no como un punto fijo.
- 3) Para la elaboración de la presente Guía, se consideraron los métodos y tipos de higrómetros, cuyo servicio de calibración tienen mayor demanda.
- 4) Se recomienda hacer un análisis similar para aquellos servicios de calibración que no están considerados en esta Guía. Se apela a la experiencia técnica de los interesados

2. ALCANCE DE LA GUÍA

Aplica en la estimación de la incertidumbre de calibración y documentación de la trazabilidad de higrómetros en la magnitud de humedad relativa por el **método** de:

- a) comparación contra un higrómetro patrón, el cual incluye el caso donde la cámara de humedad cuenta con higrómetro patrón integrado.

Y para los **tipos** de medidores de humedad relativa: higrómetros digitales, analógicos y graficadores de humedad.

Quedan **excluidos** los psicrómetros y medidores de punto de rocío.

3. MENSURANDO

Mensurando

En la figura 1 se muestran los componentes del sistema de calibración.

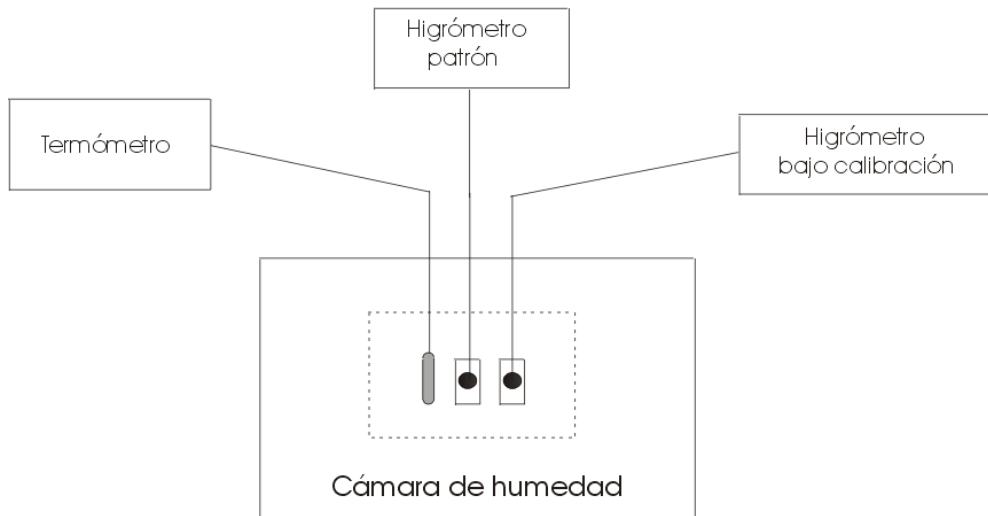


Figura 1. Diagrama del experimento de calibración por comparación

En este método, el mensurando es el valor de corrección resultante del instrumento bajo calibración (IBC). Este valor de corrección tiene asociado un valor de incertidumbre que depende de las variables que tienen influencia en la medición. El modelo para calcular el valor de la corrección resultante es:

$$C_R = [(HR_p + C_{R'}) - HR_{IBC}] + [\delta(HR)_t + \delta(HR)_{hist} + \delta(HR)_{stb} + \delta(HR)_{hmg}] \quad (1)$$

Donde:

C_R es el valor de corrección resultante a la lectura del IBC (en % de humedad relativa);
 $(HR_p + C_{R'})$ es la lectura corregida del patrón (en % de humedad relativa);
 $C_{R'}$ es el valor de corrección de la lectura del patrón (en % de humedad relativa). Este valor es obtenido del informe (o certificado) de calibración;
 $(HR)_{IBC}$ es la lectura del instrumento bajo calibración (en % de humedad relativa);
 $\delta(HR)_t$ es el valor de corrección por efecto por temperatura (en % de humedad relativa);
 Este efecto debe considerarse tanto en la cámara de humedad como en el higrómetro.

Nota para el evaluador:

- i. deberá confirmar que se realice la corrección por efecto de la temperatura cuando hay variaciones en el tiempo, o en el espacio dentro de la cámara, para una misma condición de humedad relativa;

- ii. deberá confirmar que se realice la corrección por efecto de la temperatura en el IBC;
- iii. este valor de corrección tiene asociado un valor de incertidumbre, para lo cual se debe estimar o conocer el coeficiente de sensibilidad correspondiente. Cuando las variaciones de temperatura son pequeñas o menores que el coeficiente de temperatura obtenido, la corrección es cero;
- iv. el evaluador podrá usar información sobre el coeficiente de temperatura emitido por el fabricante, sólo para confirmar el valor obtenido por el laboratorio.

$\delta(HR)_{hist}$ es el valor de corrección por histéresis del IBC (en % de humedad relativa). La histéresis se debe a la “memoria” que tienen los higrómetros de recordar la última condición de humedad a la que fueron expuestos. Para determinar el valor de corrección correspondiente, se recomienda medir en el punto mas bajo de calibración, luego llevarlo al punto más alto y nuevamente medir el punto mas bajo. Si existe una diferencia en las lecturas del punto mas bajo, se debe hacer la corrección por histéresis y estimar su valor de incertidumbre.

$\delta(HR)_{stb}$ es el valor de corrección por estabilidad, en % de humedad relativa. Se presentan como oscilaciones del valor humedad alrededor del punto de control una vez que se ha alcanzado el valor de equilibrio.

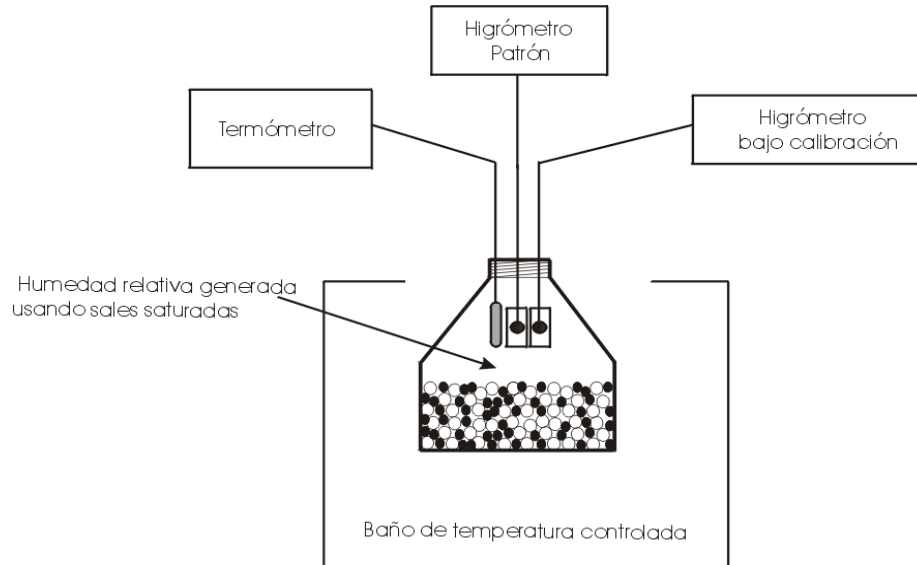
Usualmente este valor de corrección es cero cuando dichas variaciones fueron estimadas por medio de una caracterización y por lo tanto, se encuentran contenidas en la incertidumbre asociada.

$\delta(HR)_{hmg}$ es el valor de corrección por uniformidad u homogeneidad de la cámara de humedad, en % de humedad relativa. Se presenta debido a gradientes de humedad dentro de la cámara. Al igual que el caso anterior, su contribución es cero, siempre y cuando, sus variaciones sean consideradas en la incertidumbre por caracterización.

Nota para el evaluador:

Deberá confirmar la homogeneidad de la humedad dentro de la cámara en varios puntos de la misma. Para ello, el laboratorio debe presentar el perfil de la humedad dentro de la cámara.

Figura 2. Diagrama del experimento de calibración usando sales saturadas como método de generación.



Intervalo de medición

Los laboratorios secundarios que tienen sus alcances contenidos dentro del alcance del patrón nacional de humedad (CNM-PNE-8; PNH) deben demostrar trazabilidad a éste. En cambio, para aquellos cuyo alcance total o parcial no se encuentre cubierto por el PNH, su trazabilidad puede ser a métodos primarios (con trazabilidad a patrones nacionales), o a patrones extranjeros. En el último caso, el laboratorio deberá apearse a disposiciones o políticas de trazabilidad e incertidumbre que aplique la Entidad Mexicana de Acreditación (ema).

Incertidumbre de medición esperada

En la calibración de higrómetros de humedad relativa, en el intervalo de 10% a 95 % de humedad relativa a temperatura ambiente, se estima que se pueden alcanzar incertidumbres mayores o iguales a 1,5 % de humedad relativa (típicamente incertidumbres de 2 % a 3 %) con un nivel de confianza de aproximadamente el 95,45 %. En el ANEXO C se presenta un ejemplo de la calibración de un higrómetro de humedad relativa por comparación contra un higrómetro patrón. Se estiman los valores de incertidumbre, que con la instrumentación descrita, razonablemente pueden lograrse.

Nota para el evaluador: debe confirmar que el laboratorio de calibración bajo evaluación no está solicitando para su acreditación, una incertidumbre de medición menor que la ampara el método de medición propuesto en esta guía.

4. MÉTODO Y SISTEMA DE CALIBRACIÓN

4.1 Método de calibración

Método de medición: Secuencia lógica de las operaciones, descritas de manera genérica, utilizada en la ejecución de las mediciones [1].

La calibración de higrómetros de humedad relativa se puede realizar por comparación directa contra un higrómetro patrón (figura 1).

4.2 Documento de consulta

En el texto de Bentley, E, R. [7] se pueden consultar detalles de las técnicas.

4.3 Procedimiento de calibración

Se describe el procedimiento para el método de calibración por comparación

4.3.1 Por comparación contra un higrómetro patrón

En las figuras 1 y 2 se muestra esquemáticamente una calibración de un higrómetro de humedad relativa.

- a) Acondicionamiento térmico del IBC en el laboratorio. Este acondicionamiento debe ser acorde a especificaciones del fabricante o procedimiento establecido por el laboratorio de calibración. Las condiciones ambientales del laboratorio requeridas para la calibración de higrómetros por los métodos mencionados son (40 ± 5) % de humedad relativa y de $(20 \text{ a } 23)$ °C en temperatura [6].

Nota: el evaluador debe confirmar que el sistema de calibración del laboratorio tiene su higrómetro patrón de referencia calibrado a estas mismas condiciones ambientales. Si el higrómetro patrón no se encuentra bajo las condiciones ambientales anteriores, el laboratorio debe aplicar las correcciones correspondientes.

- b) Montaje del sistema de calibración. El patrón y el IBC deben colocarse lo más cercanos posible para que los gradientes de humedad sean mínimos.
- c) Selección de puntos de calibración. Algunas recomendaciones:
 - Al menos, tres puntos de calibración,
 - Incluir los puntos de ajuste recomendados por el fabricante.
 - Distribuirlos uniformemente en el intervalo solicitado.

- d) Realización de las mediciones. Se debe asegurar que el sistema de medición del laboratorio y su higrómetro patrón, estén en régimen estable, antes de iniciar las mediciones con el IBC, una vez dada esta condición, se recomienda realizar por lo menos 10 mediciones en cada punto de calibración.
Ha sido una práctica común entre laboratorios de calibración realizar 10 mediciones en cada punto de calibración.
- e) Medición del efecto de histéresis. Con el fin de medir el efecto de histéresis, se recomienda, después de medir el punto más alto de calibración, repetir el punto inicial.

Nota para el evaluador: deberá confirmar en las mediciones practicadas en una calibración, la presencia del efecto de memoria de los higrómetros bajo calibración y asegurar que el laboratorio discrimine este efecto.

- f) Análisis de datos. El laboratorio debe tener un procedimiento para el tratamiento de la información experimental. El procedimiento debe incluir la forma de corrección puntual de los errores de calibración medidos en cada punto, así como la forma de estimar la incertidumbre de medición en cada punto de calibración. .
- g) Elaboración del informe de calibración. Los informes de calibración deben presentar la información requerida en la NMX 17025 IMNC 2002.

4.4 Equipos, instrumentos e instalaciones

Las características del sistema de calibración y la documentación correspondiente se listan a continuación:

1) Higrómetro patrón de referencia.

- El alcance e incertidumbre de medición del higrómetro patrón deben ser tales que cubran los valores declarados en los servicios de calibración que ofrece el laboratorio.
- Debe contar con informe de calibración en el cual debe estar identificada la trazabilidad e incertidumbre.
- La contribución de incertidumbre del patrón de referencia a la incertidumbre de la medición del mensurando, debe ser tal que no exceda la especificación de incertidumbre del IBC para un nivel de confianza especificado.
- Contar con control metrológico, por medio de cartas de control, gráficas o mediciones de verificación, etc.

2) Cámara de generación de humedad.

- Debe cubrir el alcance declarado en los servicios de calibración.
- De acuerdo a la ecuación (1), la estabilidad y homogeneidad son magnitudes de influencia en el mensurando, razón por la cual deben ser conocidas o medidas.

Notas para el evaluador: a) debe confirmar el tiempo mínimo de estabilización en los puntos de calibración; b) estos factores deben considerarse con mayor cuidado cuando se utilizan cámaras con dimensiones grandes, por ejemplo 1 m³; c) en cámaras que emplean sales saturadas los tiempos de estabilización pueden alcanzarse hasta el 24 h, dependiendo del tipo de sal y dimensiones de la cámara.

- El laboratorio debe documentar el seguimiento de la estabilidad y homogeneidad de la cámara por medio de gráficas, cartas de control, análisis de datos, etc.
- Estos criterios aplican para el uso de cualquiera de los métodos usados para generar humedad.

3) Termómetro para medición de temperatura dentro de la cámara. Debe contar con informe de calibración vigente, declaración de trazabilidad, incertidumbre, etc. Se recomienda que la incertidumbre para la medición de temperatura sea menor que $\pm 0,1$ °C.

4) Sistema de medición de condiciones ambientales (temperatura y humedad relativa). Debe contar con informe de calibración con las características señaladas.

5) Higrómetro testigo. En cámaras de humedad con indicador de humedad, se recomienda usar un higrómetro testigo calibrado como parte del aseguramiento de mediciones. Se recomienda seleccionar el higrómetro testigo de tal manera que su incertidumbre de medición sea menor o igual que la incertidumbre del sistema de generación de humedad empleado en la calibración.

4.5 Competencia técnica del personal

a) El laboratorio debe contar con un programa de capacitación actualizado en base a las actividades que realiza el personal en el proceso de calibración.

b) El responsable de la ejecución del servicio de calibración debe demostrar conocimientos en el área de generación y calibración de medidores de humedad, así como conocimientos de estadística para la estimación de incertidumbre.

c) Debe demostrar capacidad para evaluar coeficientes de sensibilidad para la dependencia de la humedad relativa con la temperatura así como para determinar otras fuentes de incertidumbre del sistema de calibración, además de distinguir efectos de correlación entre ellas.

d) Debe tener la habilidad para distinguir lecturas incorrectas en el sistema de calibración.

Nota para el evaluador: Frecuentemente las cámaras de humedad con medidor patrón de humedad integrado muestran desviación del punto elegido de humedad por lo cual requieren un ajuste, esta situación no es detectada generalmente por el higrómetro indicador ya que se encuentra comunicado con un controlador.

e) Debe demostrar habilidad para el manejo de soluciones con sales saturadas, siempre y cuando el sistema de generación empleado sea por este método o para fines de validación.

f) Debe demostrar conocimientos para hacer interpolaciones lineales entre puntos de humedad debido a la necesidad de hacer correcciones cuando se calibra en condiciones de humedad y temperaturas que lo requieran.

5. TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES

Trazabilidad, calibración, patrón

En esta sección se incluyen definiciones que permitirán al evaluador identificar los aspectos que deben ser observados al evaluar a un laboratorio de calibración de medidores de humedad relativa. Es necesario demostrar la trazabilidad de todas las magnitudes que tienen influencia en el servicio de calibración.

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

NOTAS

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

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

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

Verificación: Confirmación y provisión de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos especificados [2].

Debe notarse que la calibración NO incluye operaciones de ajuste y debe entenderse que la verificación es una actividad no incluida en la calibración, aunque sean necesarios los resultados de una calibración para soportarla.

Esquemas de trazabilidad

El uso de un sinnúmero de definiciones de humedad, ocasionalmente origina confusión al momento de demostrar trazabilidad de una medición. Inicialmente la definición de humedad está dada en términos de una razón de masas, es decir, la trazabilidad usando esta definición irá hacia el kilogramo como patrón de masa y como unidad de base del SI. Sin embargo, el método gravimétrico es poco práctico para realizar mediciones de humedad. La definición de la humedad relativa depende de fracciones molares de vapor de agua que pueden ser determinadas a partir de mediciones de temperatura y presión, por tal razón, la cadena de trazabilidad en la calibración de higrómetros de humedad relativa usualmente se determina a partir de los patrones de estas dos unidades.

Nota para el evaluador: En laboratorios secundarios de calibración que emplean el método por comparación, su trazabilidad es hacia el patrón nacional de humedad.

Elementos de la trazabilidad

Análisis de elementos de trazabilidad en la calibración de higrómetros por el método comparación.

El alcance del patrón nacional de humedad va de 10 % a 95 % de humedad relativa con incertidumbres desde $\pm 0,2$ % a $\pm 1,5$ % de humedad relativa. En la sección 3.2 se describen las acciones a seguir en la evaluación de la trazabilidad de las mediciones de humedad realizadas por el laboratorio de calibración, dependiendo del alcance de su acreditación.

Lo anterior permitirá identificar a los laboratorios que requieran información (o documentación) adicional para comprobar su trazabilidad.

Patrones empleados

Todos los instrumentos de medición involucrados en el sistema de calibración deben contar con informe de calibración vigente y en éste se deben identificar, entre otras cosas, la trazabilidad a patrones nacionales de medición y su incertidumbre. En caso de contar con trazabilidad a patrones extranjeros se debe documentar la autorización correspondiente.

Nota para el evaluador: Los instrumentos auxiliares de medición, entre los que se encuentran el higrómetro, el termómetro para medir condiciones ambientales así como el higrómetro testigo, también deben cumplir con los requisitos descritos en el párrafo anterior.

En caso de que la incertidumbre declarada por el laboratorio sea menor que la del patrón nacional, será necesario demostrarlo con la documentación correspondiente.

Incertidumbre de la medición

Es necesario especificar en cada paso de la cadena de trazabilidad, la incertidumbre y el alcance correspondiente. En la sección 6 se tratará detalladamente este tema.

Documentación

Es necesario presentar la documentación correspondiente en cada paso de la cadena, la cual debe incluir: informe (o certificado) de calibración vigente, procedimientos empleados, hojas de análisis de datos, cartas de control de equipos patrones, registros, etc.

Periodo de calibración

Es necesario establecer periodos de calibración de los patrones de medición, los cuales deberán ser especificados de acuerdo al criterio del laboratorio, estos pueden ser: frecuencia de uso, requisito establecido en el manual de calidad, cartas de control, experiencia etc.

6. INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

Los resultados de medición de humedad relativa deben ser acompañados de una estimación de su incertidumbre (incertidumbre expandida U), la cual debe indicar claramente el intervalo de valores atribuibles razonablemente al mensurando y una declaración del nivel de confianza asociado a ese intervalo conforme a la norma NMX-CH-140-IMNC-2002.

Elementos de la incertidumbre de medición

6.1.1 Calibración por comparación

El laboratorio de calibración debe preparar y documentar su propio análisis de incertidumbre en base al modelo empleado para el mensurando, de acuerdo a sus condiciones de calibración.

Si el modelo del mensurando es la corrección resultante C_R , descrita en la ecuación (1),

$$C_R = [(\%HR_p + C_{R'}) - \%HR_{IBC}] + [\delta(HR)_t + \delta(HR)_{hist} + \delta(HR)_{stb} + \delta(HR)_{hmg}]$$

Entonces la incertidumbre combinada se puede calcular usando la ley de propagación de incertidumbres.

$$U_{exp} = k \sqrt{U^2 [HR_p + C_{R'}] + U^2 [\%HR_{IBC}] + U^2 [\delta(\%HR)_t] + U^2 [\delta(\%HR)_{hist}] + U^2 [\delta(\%HR)_{stb}] + U^2 [\delta(\%HR)_{hmg}]} \quad (2)$$

Dado que la determinación de las fuentes de incertidumbre se hace de manera independiente, la ecuación (2) no considera efectos de correlación. La tabla 1 se presenta el análisis de incertidumbre en la calibración de higrómetros de humedad relativa

Tabla 1. Análisis de incertidumbre en la calibración de higrómetros

Fuente de incertidumbre	Símbolo	Descripción	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad
Lectura corregida del patrón C_R	$U[HR_p + C_R]$	Incertidumbre de la corrección resultante, obtenida del informe de calibración. En ésta se encuentra contenida la incertidumbre del patrón.	Normal	1
Lectura del IBC	$U[(\%HR)_{rep}]$	Desviación estándar de la media de las mediciones	Normal	1
	$U_{resolución}$	Estimada en base a la resolución del instrumento, la cual esta indicada en el manual del mismo, se calcula como: $res/\sqrt{(12)}$	Rectangular	1
Corrección por efecto de temperatura del IBC, $\delta(HR)_t$	$U[\delta(HR)_t]$	Considera el efecto por temperatura del sensor de humedad dentro de la cámara de humedad	Normal	$\Delta HR/\Delta t$
Corrección por histéresis del IBC, $\delta(HR)_{hist}$	$U[\delta(HR)_{hist}]$	La incertidumbre estándar por histéresis, se obtiene de exponer el higrómetro a su punto mas bajo de operación, luego a su punto más alto y finalmente regresarlo a su condición inicial. En algunos casos, este valor es proporcionado por el fabricante. Se estima por medio de la siguiente expresión: $Hist/\sqrt{(12)}$	Rectangular	1
Corrección por estabilidad de la cámara de humedad, $\delta(HR)_{stb}$	$U[\delta(HR)_{stb}]$	Esta considera la incertidumbre por estabilidad de la humedad dentro de la cámara.	Normal	1
Corrección por uniformidad de la cámara de humedad, $\delta(HR)_{hmg}$	$U[\delta(HR)_{hmg}]$	Se obtiene de los gradientes de humedad dentro de la cámara de humedad.	normal	1

En la ecuación (2) no se consideran efectos de correlación entre las variables de influencia.

En la ecuación (2), k es el factor de cobertura que se obtiene en base al nivel de confianza con que se quieren expresar los valores de incertidumbre (normalmente al 95,45 %). El valor de k requiere de una estimación de los grados efectivos de libertad de las diferentes

fuentes de incertidumbre. La ecuación para estimar los grados efectivos de libertad (ν_{ef}) se puede escribir de la siguiente manera:

$$\nu_{ef} = \frac{\left[\sum_i (U_i)^2 \right]^2}{\left\{ \sum_i [(U_i)^4 / \nu_i] \right\}} \quad (3)$$

Donde:

ν_i es el número de grados de libertad asociada a la fuente de incertidumbre U_i

El factor de cobertura que relaciona el número de grados efectivos de libertad con el nivel de confianza del 95,45 %, se obtiene de usando una tabla de una distribución t-student.

7. VALIDACIÓN DE MÉTODOS

Validación: Confirmación mediante el suministro de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación prevista [1].

Los laboratorios que siguen el método de calibración por comparación contra un higrómetro de referencia, deben validar el método; para ello se recomienda usar puntos fijos de humedad relativa con sales saturadas para validar su método [3, 4]. En caso de haber participado en comparaciones nacionales o internacionales de humedad, esta información podrá ser usada para el mismo fin.

8. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] NMX-Z-055:1996 IMNC Metrología – Vocabulario de términos fundamentales y generales; equivalente al documento International Vocabulary of Basic of General Terms in Metrology , BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1993.

[2] NMX-CC-9000-IMNC-2000 Sistemas de gestión de calidad- Fundamentos y vocabulario.

[3] OIMLR121 (International recommendation, 1996). The scale of relative humidity of air certified against saturated salt solutions.

[4] ASTM 104-85 (Reapproved 1996) Standard Practice for Maintaining Constant Relative Humidity by Means of Aqueous Solutions.

[5] NMX-EC-17025-IMNC-2006 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.

[6] NCSL, RP-14, Guía para la selección de ambientes para los laboratorios de normas o patrones, 2000.

[7] Bentley, E, R., Temperature and humidity measurement: Springer Verlag Singapore, 1998, cap. 7 pp 133-153.

[8] Políticas referentes a la trazabilidad e incertidumbre de mediciones, Serie documentos, ema,
<http://www.ema.org.mx/ema/pdf/PROCEDIMIENTOS/TRAZABILIDAD%20E%20INCERTIDUMBRE%20SC-2002-12-12.pdf>, 2002.

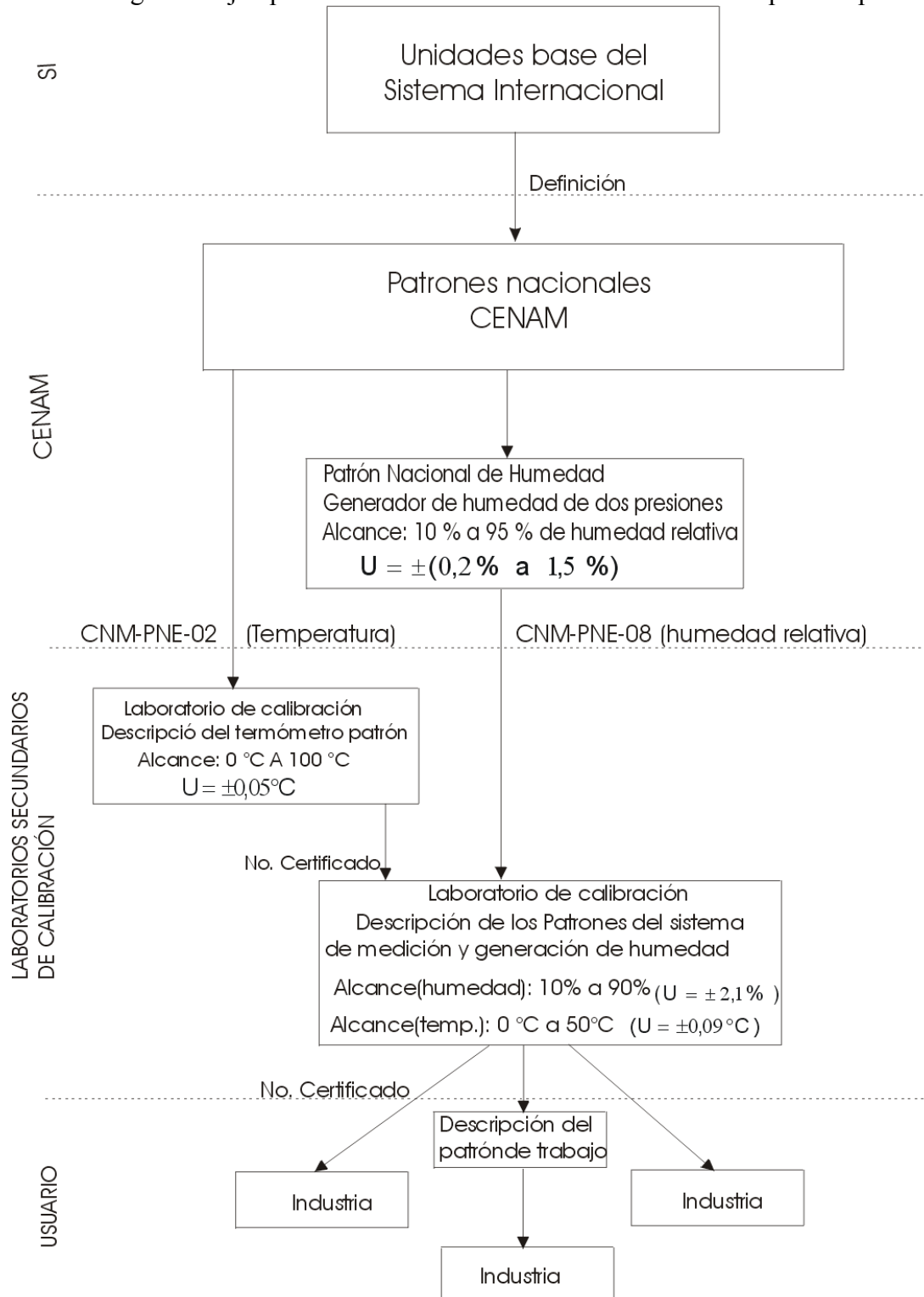
9. ANEXOS

ANEXO A. Tipos de sales empleadas para generación de humedad.

Tabla 2. Valores de humedad relativa usando sales saturadas, valores tomados de la referencia [3].

t(°C)	%HR										
	Fluoruro de cesio	Bromuro de litio	Cloruro de litio	Acetato de potasio	Cloruro de magnesio	Carbonato de potasio	Bromuro de sodio	Yoduro de potasio	Cloruro de sodio	Cloruro de potasio	Sulfato de potasio
5	-	7,4±0,8	13	-	33,6±0,3	43,1±0,5	63,5±0,8	73,3±0,4	75,7±0,3	87,7±0,5	98,5±1,0
10	-	7,1±0,7	13	23,4±0,6	33,5±0,3	43,1±0,4	62,2±0,6	72,1±0,4	75,7±0,3	86,8±0,4	98,2±0,8
15	4,3±1,4	6,9±0,7	12	23,4±0,4	33,3±0,3	43,2±0,4	60,7±0,6	71,0±0,3	75,6±0,2	85,9±0,4	97,9±0,7
20	3,8±1,1	6,6±0,6	12	23,1±0,3	33,1±0,2	43,2±0,4	59,1±0,5	69,9±0,3	75,5±0,2	85,1±0,3	97,6±0,6
25	3,4±1,0	6,4±0,6	11,3±0,3	22,5±0,4	32,8±0,2	43,2±0,4	57,6±0,4	68,9±0,3	75,3±0,2	84,2±0,3	97,3±0,5
30	3,0±0,8	6,2±0,5	11,3±0,3	21,6±0,6	32,4±0,2	43,2±0,5	56,0±0,4	67,9±0,3	75,1±0,2	83,6±0,3	97,0±0,4
35	2,7±0,7	6,0±0,5	11,3±0,3	-	32,1±0,2	-	54,6±0,4	67,0±0,3	74,9±0,2	83,0±0,3	96,7±0,4
40	2,4±0,6	5,8±0,4	11,2±0,3	-	31,6±0,2	-	53,2±0,5	66,1±0,3	74,7±0,2	82,3±0,3	96,4±0,4
45	2,2±0,5	5,7±0,4	11,2±0,3	-	31,1±0,2	-	52,0±0,5	65,3±0,3	74,5±0,2	81,7±0,3	96,1±0,4
50	2,1±0,4	5,5±0,4	11,1±0,3	-	30,5±0,2	-	50,9±0,6	64,5±0,3	74,5±0,9	81,2±0,4	95,8±0,5
55	2,0±0,4	5,4±0,3	11,0±0,3	-	29,9±0,2	-	50,2±0,7	63,8±0,4	74,5±0,9	80,7±0,4	-
60	2,0±0,4	5,3±0,3	11,0±0,3	-	29,3±0,2	-	49,7±0,8	63,1±0,4	74,4±0,9	80,3±0,5	-
65	2,1±0,5	5,3±0,3	10,9±0,3	-	28,5±0,3	-	49,5±1,0	62,5±0,4	74,2±0,9	79,9±0,5	-
70	2,2±0,6	5,2±0,3	10,8±0,4	-	27,8±0,3	-	49,7±1,1	61,9±0,4	74,1±0,9	79,5±0,6	-
75	2,4±0,7	5,2±0,2	10,6±0,4	-	26,9±0,3	-	50,3±1,3	61,4±0,5	74,0±0,9	79,2±0,7	-
80	2,6±0,8	5,2±0,2	10,5±0,5	-	26,1±0,4	-	51,4±1,5	61,0±0,5	73,9±0,9	78,9±0,8	-

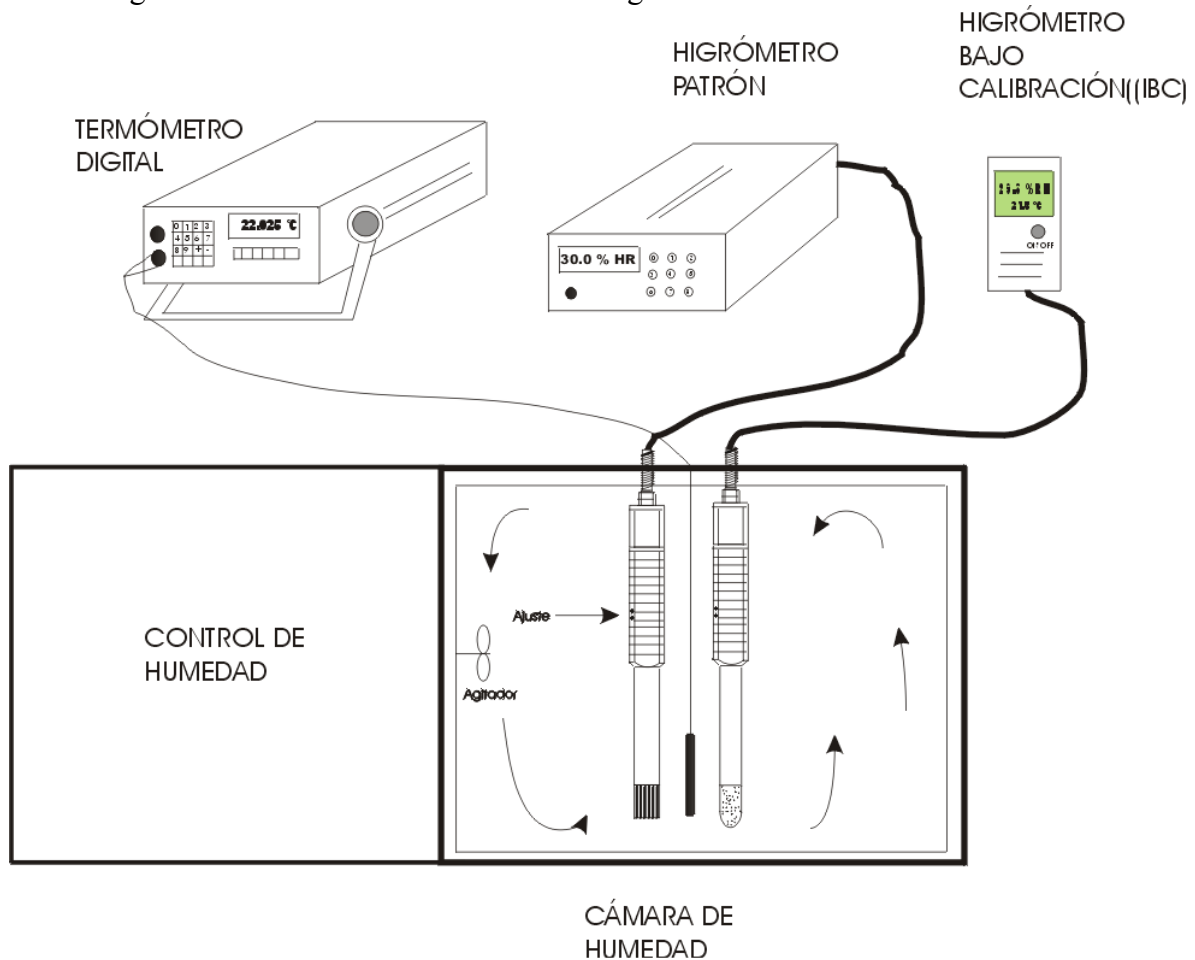
ANEXO B. Figura 3. Ejemplo de carta de trazabilidad usando el método por comparación.



ANEXO C. Calibración de un higrómetro de humedad en el intervalo de 10 % a 90 % de humedad relativa usando el método de comparación.

Se realizó la calibración de un higrómetro de humedad relativa (IBC) por comparación contra un higrómetro patrón (P1), en el intervalo de 10 % a 90 % de humedad relativa, a una temperatura de 23 °C, usando una cámara de humedad de flujo dividido. Adicionalmente se colocó un termómetro para medir la temperatura dentro de la cámara durante la calibración (Ver figura 4).

Figura 4. Sistema de calibración de un higrómetro de humedad relativa



La calibración se realizó en el siguiente orden 10 %, 30 %, 60 %, 90 % y 10 % de humedad relativa. Para cada punto de calibración se tomaron diez lecturas una vez que la cámara alcanzó el equilibrio.

De acuerdo a datos del fabricante, el higrómetro bajo calibración tiene un coeficiente de temperatura de 0,1 %HR/°C, el cual es usado como coeficiente de sensibilidad para la estimación de incertidumbre ($\Delta\%HR/\Delta t$) por este efecto, así como para estimar la corrección

correspondiente cuando la calibración se hace en dos condiciones diferentes de temperatura.

La incertidumbre del informe de calibración del termómetro es de $\pm 0,1$ °C a 23 °C. La resolución del IBC es de 1 % de humedad relativa

Los datos del certificado de calibración del higrómetro patrón (P2) son los siguientes:

Tabla 3. Tabla de resultados del informe de calibración del higrómetro (P2)

Lectura del patrón P1 (%)	Lectura del IBC-P2 (%)	Corrección (%), C_R	U(k=2),%
10,0	9,2	0,8	1,7
30,0	29,6	0,4	1,6
60,0	59,6	0,4	1,6
90,0	90,5	-0,5	1,8

Lecturas en % de humedad relativa

Cabe aclarar que P2 es el patrón para la calibración que se describe en el ejemplo.

Los resultados de la calibración del IBC se muestran en la tabla 4.

Tabla 4. Resultados en la mediciones durante la calibración

Higrómetro patrón (IBC-P2)		Higrómetro bajo calibración		Temperatura dentro de la cámara
Promedio	Desv. estd	Promedio	Desv. estd	
9,01	0,09	10,1	0,32	23,1
29,12	0,21	31,0	0,00	23,0
58,87	0,28	60,0	0,00	23,1
90,17	0,13	90,1	0,32	23,0
9,00	0,12	10,9	0,12	23,1

En la tabla 5 se presenta el presupuesto de incertidumbre para esta calibración.

Tabla 5. Presupuesto de incertidumbre en la calibración

Fuente de incertidumbre	Distribución de probabilidad	Coeficiente de sensibilidad	ν_i	Estimación			
				10%	30%	60%	90%
$U[HR_p+C_R]$	Normal	1	50	0,85	0,80	0,80	0,90
IBC	$U_{resolución}$	Rectangular	infinito	0,29	0,29	0,29	0,29
	$U[(\%HR)_{rep}]$	Normal	9	0,10	0,00	0,00	0,10
$U[\delta(HR)_t]$	Normal	0,1 %HR/°C	50	0,01	0,01	0,01	0,01
$U[\delta(HR)_{hist}]$	Rectangular	1	infinito	0,23	0,23	0,23	0,23
$U[\delta(HR)_{stb}]$	Normal	1	50	0,09	0,21	0,28	0,13
$U[\delta(HR)_{hmg}]$	Normal	1	50	0,03	0,03	0,03	0,03
*ν_{ef}				80	76	77	78

* el número efectivo de grados de libertad se obtuvo aplicando la ecuación (3).

Los valores de corrección, $\delta(HR)_{stb} = \delta(HR)_{hmg} = 0$, $\delta(HR)_{hist} = 0$, debido a que su valor se encuentra contenido en la incertidumbre por histéresis a la cual se le asignó una distribución rectangular. $\delta(HR)_t = 0$ debido a que la calibración se llevó a cabo en una sola condición de temperatura.

Empleando la ecuación (3) se puede estimar el número de grados efectivos de libertad, tal como lo muestra el siguiente resultado.

$$v_{ef} = \frac{\left[(0,85)^2 + (0,29)^2 + (0,10)^2 + (0,01)^2 + (0,09)^2 + (0,09)^2 + (0,03)^2 \right]^2}{\left\{ \frac{(0,85)^4}{50} + 0 + \frac{(32)^4}{9} + \frac{(0,01)^4}{50} + 0 + \frac{(0,09)^4}{50} + \frac{(0,03)^4}{50} \right\}} = 80 \quad (4)$$

Este mismo debe ser aplicado para cada punto de calibración. Luego el valor de k correspondiente se obtiene usando la tabla t-student, de acuerdo al nivel de confianza de aproximadamente 95,45 %.

Aplicando la ecuación (1) para obtener los valores de corrección y la ecuación (3) para obtener la incertidumbre expandida, se obtiene la siguiente tabla de resultados:

Tabla 6. Tabla de resultados de la calibración

Lectura del patrón (%)	Lectura del IBC(%)	Corrección (%) C_R	U(k=2)%
10	11	-1	± 2
30	31	-1	± 2
59	60	-1	± 2
89	90	-1	± 2

% de humedad relativa

IDENTIFICACIÓN DE CAMBIOS

INCISO	PÁGINA	CAMBIO(S)
PRESENTACIÓN	3	Se actualizó la fecha de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2000 por NMX-EC-17025-IMNC-2006
8	17	Se rectificó la codificación de la norma NMX-EC-9000-IMNC-2000 por NMX-CC-9000-IMNC-2000
8	18	Se actualizó la fecha de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2000 por NMX-EC-17025-IMNC-2006
Observaciones:		