

GUÍA TÉCNICA SOBRE TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE EN LA CALIBRACIÓN DE OPACÍMETROS

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:

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

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

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

**QUINTANA SOLANO, José, HQ TECHNOLOGY, S.A. DE
C.V.**

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

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

RUIZ OROZCO, Arquímedes, CENAM

VALENCIA LUNA, Guillermo, CENAM

ÍNDICE

	página
PRESENTACIÓN	2
GRUPO DE TRABAJO	4
ÍNDICE	5
1. PROPÓSITO DE LA GUÍA TÉCNICA	6
2. ALCANCE DE LA GUÍA TÉCNICA	6
3. MENSURANDO	6
4. MÉTODO Y SISTEMA DE MEDICIÓN	8
5. TRAZABILIDAD DE LA MEDIDA	10
6. INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN	10
7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	11
Anexo A	12
Anexo B	13

1. PROPÓSITO DE LA GUÍA TÉCNICA

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

Estos criterios serán aplicados

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

La presente Guía Técnica de trazabilidad e incertidumbre para la magnitud de opacidad deberá tener consistencia en la forma de representar la cadena de trazabilidad. Asimismo se deberá usar y representar la magnitud de opacidad con base al Sistema Internacional (SI). Por otra parte, se ha establecido como criterio, que se adecuen las cartas de trazabilidad actuales de acuerdo al esquema presentado en este documento. Finalmente se han considerado las fuentes de incertidumbre con base en la presente Guía.

La presente Guía Técnica está destinada a complementar y dar detalles sobre la forma de cumplir los requisitos de trazabilidad e incertidumbre de las mediciones establecidas en la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 [1] en el caso específico de mediciones de opacidad. En ningún caso debe interpretarse el contenido de la presente Guía Técnica como sustituto de los requisitos mencionados.

2. ALCANCE DE LA GUÍA TÉCNICA

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

3. MENSURANDO

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

La siguiente expresión matemática se usa para identificar el mensurando Opacidad

$$N = 100\% - \tau \quad \text{Ec. (1)}$$

donde:

N = Opacidad

τ = Transmitancia (expresada en porcentaje)

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

$$\tau = \Phi_1 / \Phi_0 \quad \text{Ec. (2)}$$

Donde:

Φ_1 = Energía radiante transmitida

Φ_0 = Energía radiante incidente

Un material que no atenúa ninguna luz incidente tiene una transmitancia de 1,0 y una opacidad de 0%. Un material que atenúa toda la luz incidente tiene una opacidad del 100% y una transmitancia de 0,0.

3.1 Intervalo típico de medición

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

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

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

3.2 Incertidumbre de medición esperada

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

4. MÉTODO Y SISTEMA DE MEDICIÓN DE LA OPACIDAD.

Método de calibración del opacímetro.

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

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

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

4.2 Procedimiento de medición.

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

- Establecer los niveles de intensidad mínimos y máximos del opacímetro de acuerdo a las recomendaciones del manual de operación del fabricante.
- Colocar los filtros entre la fuente emisora de luz y la celda fotoeléctrica del opacímetro.
- Realizar mediciones con cuatro filtros caracterizados en diferentes puntos de la escala lineal entre 0% a 100% de opacidad. El evaluador del laboratorio debe confirmar la competencia técnica del laboratorio para saber utilizar el filtro o MRC correspondiente, así como aplicar los valores medidos del MRC para poder determinar correctamente el error de calibración del opacímetro
- Medir el cero de opacidad usando como referencia el aire entre cada una de las lecturas.
- Realizar las mediciones al menos tres veces por cada filtro.
- Promediar las tres mediciones de cada filtro.
- Comparar el promedio de los valores medidos con cada filtro respecto del valor certificado del MRC.
- Determinar la desviación del opacímetro mediante el error calculado como:
$$\text{Error} = \text{Promedio de mediciones} - \text{Valor Certificado del MRC}$$
- Calcular la incertidumbre expandida

4.3 Materiales de Referencia Certificados (MRC).

Los Materiales de Referencia Certificados (MRC), son filtros de vidrio de transmitancia cuyo principio se basa en el fenómeno de absorción (filtros grises) o de reflexión (filtros

tipo espejo), con valores nominales entre 0% y 100% de opacidad que cubren el mayor alcance de la escala del opacímetro, estos MRC tienen las siguientes características:

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

4.3.1 Transporte y manejo de los MRC

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

- evitar el deterioro y/o daño en su superficie, como rayaduras o contaminación de grasas y aceites en sus caras
- protegerse del polvo y humedad

Para lo cual es necesario:

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

4.4 Competencia técnica del personal.

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

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

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

- Adicionalmente a los conocimientos y habilidades requeridos para el personal que hace las mediciones,
- Conocer el procedimiento de estimación de incertidumbre.
- Conocer la metodología y aplicación del cálculo de incertidumbre de la medición conforme a la norma NMX-CH-140-IMNC-2002.

5. TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES

La trazabilidad es la propiedad del resultado de una medición o de un patrón, tal que éstos puedan ser relacionados con referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas incertidumbres determinadas [3].

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

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

5.1 Elementos de la trazabilidad

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

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

Ver carta de trazabilidad anexo A.

Para mantener la trazabilidad en las mediciones de opacidad, el periodo determinado de recertificación de los MRC es de un año.

6. INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

6.1 Elementos de la incertidumbre de la medición

Los resultados de medición de opacidad se acompañan de una estimación de su incertidumbre. La expresión de la incertidumbre de medición debe indicar claramente el intervalo de valores atribuibles razonablemente al mensurando, además de una declaración del *nivel de confianza p* asociado a ese intervalo, o una indicación con información equivalente como el llamado *factor de cobertura k*.

6.2 Estimación de la incertidumbre de medición

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

6.2.1. Identificación de las fuentes de incertidumbre

Las fuentes de incertidumbre de la magnitud de opacidad son:

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

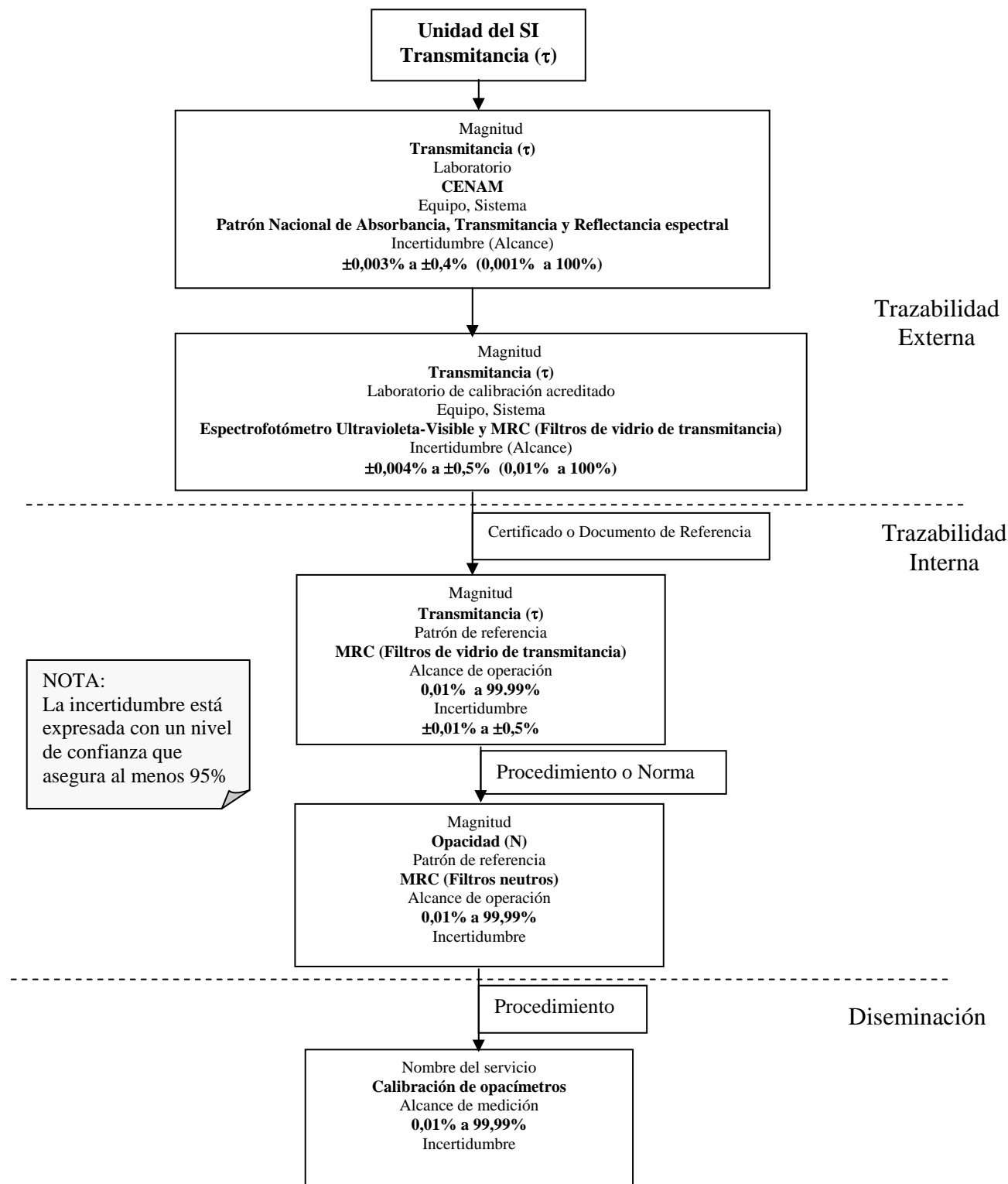
En el anexo B se muestra un ejercicio de la estimación de la incertidumbre en la calibración de un opacímetro.

7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- [1] NMX-EC-17025-IMNC-2006 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [2] NMX-CH-140-IMNC-2002 Guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones.
- [3] NMX-Z-055:1996 IMNC Metrología – Vocabulario de términos fundamentales y generales; equivalente al documento International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1993.
- [4] NOM-077-ECOL-1995 Que establece el procedimiento de medición para la verificación de los niveles de emisión de la opacidad del humo proveniente del escape de los vehículos automotores en circulación que usan diesel como combustible.
- [5] CIE 17.4, International Lighting Vocabulary, International Commission on Illumination, 1987.
- [6] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML (1995).
- [7] 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.

ANEXO A

Ejemplo de Carta de Trazabilidad para la magnitud de Opacidad



ANEXO B

Ejemplo de formato para resumen de la incertidumbre en la calibración de opacímetros.

Fuentes	Fuente de la información	Valor de fuente Incertidumbre original	Tipo, Distrib.	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución $u_i(y)$
Valor de la magnitud de opacidad MRC de 50%	Certificado o Informe de los MRC	U 0,26%	B,Normal	$\frac{U}{k}$ 0,13%	c_i 1	$u(x_i) * c_i$ 0,13% * 1 = 0,13%
Repetibilidad	Repetidas mediciones	$S_{(x)idem}$ 1,0%	A,Normal	$\frac{S}{\sqrt{n}}$ $\frac{1,0\%}{\sqrt{3}} = 0,58\%$	c_i 1	$u(x_i) * c_i$ 0,58% * 1 = 0,58%
Resolución	Características Instrumentales	$a_+ - a_-$ idem 0,1% - 0%	B, Rectangular	$\frac{a_+ - a_-}{\sqrt{12}}$ $\frac{0,1\% - 0\%}{\sqrt{12}} = 0,03\%$	c_i 1	$u(x_i) * c_i$ 0,03% * 1 = 0,03%
Incertidumbre combinada					u_c	$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N [c_i \cdot u(x_i)]^2}$ $\sqrt{(0,13\%)^2 + (0,58\%)^2 + (0,03\%)^2} = 0,59\%$
Incertidumbre expandida					U	$u_{c(y)} * \text{Factor de Cobertura}$ 0,59% * 3,31 = 1,96%

NOTA:

- Incluye los valores que típicamente se encuentran en las mediciones de opacidad durante la calibración del instrumento cuando se emplea un MRC de 50% de Opacidad.
- El valor de fuente de incertidumbre original por repetibilidad fue tomado de la NOM-077-ECOL-1995, e indica el valor máximo aceptable.
- El factor de cobertura empleado es el factor derivado de la distribución t de Student a un nivel de confianza p y ν_{ef} grados de libertad y obtenido de tablas.
- El número efectivo de grados de libertad ν_{ef} fue calculado según la ecuación de Welch-Satterthwaite [6].

IDENTIFICACIÓN DE CAMBIOS

<i>INCISO</i>	PÁGINA	CAMBIO(S)
PRESENTACIÓN	3	Se actualizó la fecha de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2000 por NMX-EC-17025-IMNC-2006
1	6	Se actualizó la fecha de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2000 por NMX-EC-17025-IMNC-2006
6.2	11	Se actualizó la fecha de la norma NMX-CH-140-IMNC-2000 por NMX-CH-140-IMNC-2002
7	11	Se actualizó la fecha de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2000 por NMX-EC-17025-IMNC-2006
Observaciones:		