

Calibración de los instrumentos de medida (no analizadores)

Jesús Domínguez Bueno
Área de Calibración
Centro de Ensayos, Innovación y Servicios, S.L.
Móstoles

1 Introducción sobre equipos existentes en laboratorios de análisis clínicos

Una breve clasificación de los equipos genéricos que se pueden utilizar en laboratorios de análisis clínicos es la siguiente¹:

- equipos de servicios generales que no se utilizan para realizar mediciones o con influencia mínima sobre las mismas, como los agitadores, material de vidrio no volumétrico, matraces, tubos de ensayo, frigoríficos, dosímetros, sistemas de acondicionamiento, etc.;
- instrumentación auxiliar como por ejemplo el material volumétrico automático o no (matraces, pipetas, buretas, etc.), termómetros, cronómetros, baños termostáticos y estufas de cultivo, centrífugas, autoclaves, balanzas, ph-metros, densímetros, viscosímetros y picnómetros, etc.;
- instrumentación analítica, que en la mayoría de los casos proporcionan mediciones relativas y son instrumentos complejos: analizadores automáticos multicanales, sistemas analíticos robotizados, medidores electroquímicos, contadores de células, equipos para inmunoanálisis, cromatógrafos, espectrofotómetros, etc.;
- ordenadores y procesadores de datos, o sistemas informáticos que forman parte del equipamiento instrumental del laboratorio, con una finalidad de automatizar las tareas técnicas de la instrumentación analítica.

Del segundo grupo de los citados arriba es el que se ocupa esta ponencia, de la instrumentación auxiliar que no son analizadores, si bien y debido a la gran diversidad de equipos que podrían citarse y a la limitación necesaria impuesta por el tiempo, el autor ha preferido explicar bien y claro un único equipo (estufas de incubación o cultivo) que no quince mal.

Y, claro, en función del uso que se les dé y de la influencia de las medidas que proporcionan en la calidad de los resultados de la diversidad de análisis realizados en el laboratorio clínico, algunos de estos equipos es conveniente calibrarlos y someterlos a un control periódico.

¿Por qué calibrarlos? A continuación se exponen algunas de las razones por las que es conveniente calibrar los equipos de medida.

2 Necesidad y conveniencia de la calibración de equipos de medida

Aparte de las razones lógicas que existen sobre la conveniencia o necesidad de calibrar ciertos instrumentos de medida de nuestro laboratorio, y que van encaminadas a asegurarnos que nuestro trabajo diario con ellos se realiza bien, la mayor parte de las veces decidimos calibrar nuestros equipos de medida por una de estas dos razones o necesidades: la calibración voluntaria, realizada sin imposición o influencia externa, y la calibración por necesidades externas como la acreditación (ISO 17025) o la certificación (ISO 9001) de los laboratorios.

En cuanto a la calibración voluntaria, quizá su mayor virtud sea que al ser realizada o encargada realizar por los usuarios sin ninguna presión externa, suele realizarse generalmente con mayor empeño pues es el propio usuario el que decide hacerla

En cualquiera de los casos, la calibración de los equipos de medida tiene una gran importancia en la sociedad industrial y empresarial actual, ya que da mayor calidad y garantía a los productos industriales que se elaboran.

Referente a la certificación de laboratorios de análisis clínicos, a continuación se exponen las exigencias en materia de calibración de equipos que aparecen en las principales normas vigentes.

Con respecto a las normas utilizadas para la certificación de sistemas de gestión de la calidad en empresas, la norma UNE-EN ISO 9001:2000, Sistemas de gestión de la calidad - Requisitos, que engloba a las antiguas 9001:1994, 9002:1994 y 9003:1994, establece en el párrafo a) del apartado 7.6 lo siguiente:

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

a) calibrarse o verificarse a intervalos especificados o antes de su utilización, comparando con patrones de medición trazables a patrones de medición nacionales o internacionales; cuando no existan tales patrones debe registrarse la base utilizada para la calibración o la verificación;

Esta tabla que sigue recoge la correspondencia entre apartados de la nueva ISO 9001:2000 y la anterior serie ISO 9000.

Correspondencia entre las Normas ISO 9001:2000 e ISO 9001:1994, 9002:1994 y 9003:1994			
UNE-EN ISO 9001:2000		UNE-EN ISO 9001:1994, 9002:1994 y 9003:1994	
Apartado	Título	Apartado	Título
7.6	Control de los dispositivos	4.11 (4.11.1)	Control de los equipos de

	de seguimiento y de medición	y 4.11.2)	inspección, medición y ensayo
--	------------------------------	-----------	-------------------------------

Referente a la acreditación de laboratorios de análisis clínicos, la ya anulada EN 45001 (utilizable aún hasta mediados del 2001) establecía vagamente en su apartado 5.3.3. que:

Los equipos de medición y ensayo utilizados en el laboratorio que lo precisen, deberán calibrarse antes de su puesta en servicio y, posteriormente, cuando sea necesario de acuerdo con el programa de calibración establecido.

ENAC², en su documentación de aplicación a laboratorios acreditados desarrolla la norma EN 45001, aclara algo más este breve punto y establece de un modo más claro las necesidades de calibración: instrucciones de calibración, plan de calibración, trazabilidad reconocida, etc.

La nueva norma genérica sobre acreditación de laboratorios que sustituye a la citada EN 45001 es la ISO 17025 y con respecto a la calibración de equipos establece en su apartado 5.5.2 lo siguiente:

Los equipos y su soporte lógico (*software*) utilizados para realizar ensayos, calibraciones y muestreos deben permitir obtener la exactitud requerida y deben cumplir las especificaciones relativas a los ensayos o calibraciones en cuestión. Deben establecerse programas de calibración para las magnitudes o valores clave de los instrumentos cuando estas propiedades tengan un efecto significativo en los resultados. Antes de ponerse en funcionamiento, los equipos (incluidos los equipos de muestreo), se deben calibrar y verificar para demostrar que cumplen los requisitos especificados del laboratorio y las especificaciones contenidas en las normas aplicables. Deben someterse a un control o calibración antes de ser utilizados.

En el apartado 5.6.1, sobre Trazabilidad, vuelve a insistir:

Todos los equipos utilizados para ensayo o calibraciones, incluidos los equipos para realizar mediciones secundarias (por ejemplo de las condiciones ambientales), que tengan un efecto significativo en la exactitud o validez de los resultados de ensayos, calibraciones o muestreo, deben ser calibrados antes de ponerse en funcionamiento. El laboratorio debe disponer de un programa y un procedimiento para la calibración de sus equipos.

Esta nueva norma ISO 17025 desarrolla en el apartado 5.6, que abarca casi dos páginas, los requisitos aplicables en cuanto a la trazabilidad de las medidas.

3 Ejemplo práctico de calibración de una estufa de incubación

Ante la imposibilidad de poder abarcar en esta ponencia la calibración de todos los equipos auxiliares descritos en la primera parte, se ha preferido dedicar esta última parte de la ponencia a la exposición práctica de un sencillo método

de calibración de estufas de cultivo o incubación, método que permite conocer la estabilidad y uniformidad del equipo calibrado.

Este ejemplo práctico de calibración es un ejemplo real y es aplicable tanto para baños termostáticos como para estufas de incubación o cultivo, así como en cualquier otro tipo de equipo de ensayo que se utilice para mantener unas condiciones de temperatura controladas en un recinto más o menos definido o cerrado, y donde el medio a controlar sea tanto líquido como gaseoso (se excluyen atmósferas y líquidos o soluciones corrosivos).

Los medios técnicos que se van a utilizar no suponen una gran inversión, de modo que en la medida en que el laboratorio disponga de ellos la calibración puede considerarse totalmente como interna. Esto último permitirá al laboratorio comprobar en cualquier momento sin necesidad de medios externos cualquier duda sobre el funcionamiento de los baños y estufas.

Los medios técnicos mínimos necesarios son los siguientes:

- en primer lugar se necesita un sistema de medida de temperatura (SMT), calibrado internamente y capaz de poder medir la temperatura simultáneamente en varios puntos, como por ejemplo el compuesto por:
- un juego de varios sensores de temperatura que se conectarán en cada uno de los canales del registrador; pueden ser válidos un juego de termopares tipo J, baratos y fáciles de hacer; ¿cuántos sensores o termopares hacen falta? Como veremos más adelante, esto depende del volumen a controlar en la estufa, pero al menos dos;
- un registrador de temperatura con varios canales de medida en cada uno de los cuales se conectará uno de los sensores de temperatura, y preferiblemente con una resolución de 0,1 °C; (tipos de registradores: básicamente dos, unos sin memoria que van registrando cada cierto tiempo programado las lecturas en un papel de registro, digitalmente o analógicamente; y otros con memoria no volátil que guardan los datos adquiridos cada cierto tiempo programado, para transmitirlos a un ordenador una vez acabadas las medidas);
- en segundo lugar es necesario un termómetro de referencia (TR), de superiores características metrológicas que los sensores anteriores y calibrado periódicamente en algún laboratorio externo con trazabilidad garantizada; frente a los habituales termómetros de mercurio, este TR es preferible que sea de los de tipo sonda Pt100 o similares, pues tienen un rango de trabajo más amplio que los de mercurio, y son más cómodos de usar (resuelven fácilmente una milésima o centésima de grado en un cómodo display, sin forzar la vista) y más manejables (siempre que la sonda de medida no sea exageradamente grande, claro)
- en tercer lugar y aunque no es absolutamente necesario, puede ser útil disponer de un baño termostático de calibración con compresor de frío y que utilice como medio isoterma un líquido (la silicona líquida es buena en el rango de -30 °C a + 200 °C) para realizar una calibración previa

del sistema de medida (sensores y registrador) citado en primer lugar; con estos baños se consigue una estabilidad del orden de pocas milésimas de grado en períodos de unos minutos, lo que permite comparar muy bien el termómetro de referencia con el sistema de medida y realizar una muy buena calibración interna del SMT; este baño puede suplirse por alguno de los baños de cultivo del laboratorio y algún útil para estabilizar la temperatura en pequeñas zonas del baño (un tubo de ensayo por ejemplo, para meter dentro del tubo los sensores y el TR y luego todo ello dentro del baño termostático).

La calibración en sí consta de cuatro fases diferenciadas:

- una primera fase en la que se realiza una calibración interna del SMT frente al TR por el método de comparación en el baño termostático, preferentemente en los mismos puntos de temperatura en los que después vamos a calibrar la estufa; tiene como fin esta fase el determinar los errores de medida del SMT;
- una segunda fase en la que se calibra la uniformidad de la distribución de temperaturas en el interior de la estufa en cuestión;
- una tercera fase en la que se calibra la deriva a lo largo del tiempo de la temperatura dentro de la estufa a calibrar;
- una cuarta fase en la que se comprobará la estabilidad o deriva del SMT una vez concluidas las fases 2 y 3.

Al final es conveniente estimar las incertidumbres de medida y hacer un resumen de resultados para poder elaborar un certificado de calibración.

En todo momento deben conocerse y de algún modo registrarse las condiciones ambientales de calibración (temperatura y humedad relativa del lugar).

Antes de comenzar es conveniente establecer los puntos de calibración, que se elegirán en función del rango de trabajo o de los puntos de trabajo de la estufa a calibrar: elegiremos los mismos puntos en los que trabaje la estufa, o, si estos puntos fueran excesivos, es conveniente hacer un barrido uniforme que contenga al menos cuatro tramos y elegir entre los puntos de calibración uno de los puntos de trabajo que se consideren críticos.

En nuestro caso y para no hacer demasiado largo el ejemplo, supondremos una estufa que funciona de 0 °C a 100 °C, y elegiremos como ejemplo una calibración solamente a 15 °C, 37 °C y 50 °C.

Primera fase:

Esta primera fase no aplica a la estufa a calibrar, y se realiza con el fin de mejorar las características metrológicas del SMT (básicamente, reducir su incertidumbre de medida), ya que los termopares suelen tener un error

considerable, hasta algún grado en algunos casos, pero que a corto plazo se mantiene. Este error es el que tratamos de hallar y posteriormente corregir.

Supongamos que tenemos un SMT con cuatro termopares (para diferenciarlos los etiquetaremos o numeraremos del 1 al 4) para calibrar una estufa a 15 °C, 37 °C y 50 °C. Esto sería una descripción de los pasos a seguir:

a) se colocan en un baño termostático lo más cerca posible entre sí los sensores del SMT y la sonda de medida del TR (en un mismo alojamiento, agujero o tubo de ensayo)



Fotografía N° 1

b) se selecciona en el termostato del baño termostático inicialmente la temperatura más baja del conjunto de valores que necesitemos para calibrar el baño en cuestión, 15 °C en nuestro caso (se puede comenzar por la más alta también);

c) se espera el tiempo suficiente para que se alcance el valor de temperatura seleccionado y se establezcan las lecturas del SMT y del TR;

d) se anotan las lecturas del TR y las de todos los canales del SMT; esta primera tanda de lecturas servirá para obtener un primer conjunto de correcciones a las lecturas de cada uno de los sensores o termopares del SMT;

e) a continuación se cambia el termostato del baño subiéndolo hasta la siguiente temperatura para la que posteriormente necesitemos calibrar el baño o estufa y que esté más cercana a la que acabamos de medir; en nuestro caso, a 37 °C;

f) después repetiremos nuevamente la misma secuencia c-d-e y obtendremos la tabla de correcciones de los sensores o termopares a esta temperatura;

g) posteriormente se subirá el termostato del baño a la siguiente temperatura, 50 °C en nuestro caso, y se repetirá otra vez la secuencia c-d-e para obtener la tercera tabla de correcciones de los termopares; este último paso se repetirá tantas veces como puntos de calibración aún nos resten por hacer;

Si desconfiáramos de los termopares o de alguna de las medidas obtenidas y el tiempo nos permitiera una repetición más, deberíamos hacer otra vez el primer punto (15 °C) y comprobar que los errores de los termopares obtenidos la primera vez a 15 °C se han mantenido y son coherentes con los obtenidos la segunda vez.

Con esta primera fase conseguimos determinar el error de cada uno de los sensores o termopares del SMT en cada punto de calibración. Esto puede ser un ejemplo bastante realista de errores encontrados:

TR (°C)	Error en 1ª calibración			
	Termopar 1	Termopar 2	Termopar 3	Termopar 4
15,01	0,49	0,39	0,49	-0,31
36,95	0,55	0,45	0,35	-0,15
50,27	0,73	0,53	0,33	0,03

Este error se utilizará posteriormente para corregir las lecturas del SMT en la segunda y tercera fases, y poder dar una incertidumbre inferior a la que daríamos si solo utilizáramos los termopares. Luego se comentará cómo estimar la incertidumbre de medida de un modo sencillo.

Segunda fase:

En esta segunda fase se realiza una calibración de la uniformidad de la distribución de temperaturas dentro de la estufa a calibrar. Se procederá como sigue:

a) colocación de los termopares: se situarán dentro de la estufa distribuidos uniformemente de modo que se cubra la zona que más se usa; se anotará la distancia media entre termopares.

En este momento hay que tener en cuenta un pequeño detalle no comentado antes: es necesario que la estufa tenga una abertura por donde introducir los termopares, aunque sea por la zona de cierre entre tapaderas o puertas y el cuerpo principal de la estufa; además si la estufa fuera una estufa de ventilación forzada sería conveniente colocar los termopares en algún tipo de recipiente o contenedor similar al que se utilice en el uso normal de la estufa, con el fin de salvaguardarlo de alguna corriente de aire que desvirtúe la medida.



Fotografía N° 2

También es conveniente meter dentro de la estufa alguna masa que pueda absorber parte del calor generado, siempre que la estufa en sus condiciones de uso habituales contenga una gran cantidad de masa de cualquier tipo (portamuestras, tubos de ensayo,...) comparada con la masa casi despreciable de los termopares del SMT;

b) adquisición de datos: a continuación se ajustará el selector de temperatura de la estufa en uno de los puntos en los que queremos calibrarlo, por ejemplo a 15 °C y se pondrá en marcha a la vez que el sistema de registro de temperaturas del SMT; puesto que el SMT se programa para recoger datos cada cierto tiempo, es conveniente conocer o tener una idea del tiempo que tarda la estufa en alcanzar la temperatura consignada, tiempo que se podrá evaluar en la primera calibración que se haga a la estufa o bien obtener de los datos del fabricante;

Para decidir el tiempo que debe transcurrir entre las medidas de temperatura sucesivas que realizará el SMT y que se le programará, hay que tener en cuenta:

- el tiempo inicial que la estufa tarda en estabilizarse a una temperatura dada;
- la duración habitual que el laboratorio emplea para realizar los diversos cultivos o ensayos.

Por ejemplo, para cultivos de una duración de 24 h puede ser conveniente que el SMT adquiera datos cada 5 m y durante un máximo de 30 m a 60 m después de llegar a la temperatura de calibración; para cultivos de varios días puede ser conveniente mantener el SMT adquiriendo datos cada 15 m ó cada 30 m y durante unas horas en cada punto de calibración; en cualquiera de los casos el tiempo inicial de estabilización solamente es útil conocerlo para desechar las primeras lecturas del SMT.

Continuando con nuestro ejemplo, supondremos un período de medidas cortas, de 30 minutos después de la estabilización y tomando lecturas cada 5 m. Así obtendremos con cada termopar una serie de puntos de temperatura más bien dispersos que utilizaremos para establecer el margen de temperaturas generadas por la estufa. Una vez corregidas las lecturas de cada termopar con las correcciones halladas en la primera parte de este ejemplo, obtendremos los siguientes valores experimentales:

- el promedio de todos ellos
- el máximo valor de todos ellos
- el mínimo valor de todos ellos
- de entre cada conjunto de cuatro lecturas simultáneas de temperatura realizadas por el SMT, buscaremos la mayor de las diferencias entre ellas

Esta tabla que sigue contiene los resultados obtenidos para una consigna de la estufa de 37 °C y es otro buen ejemplo de posibles valores obtenidos. En ella se han empleado los errores de los termopares hallados en la primera fase para corregir sus lecturas:

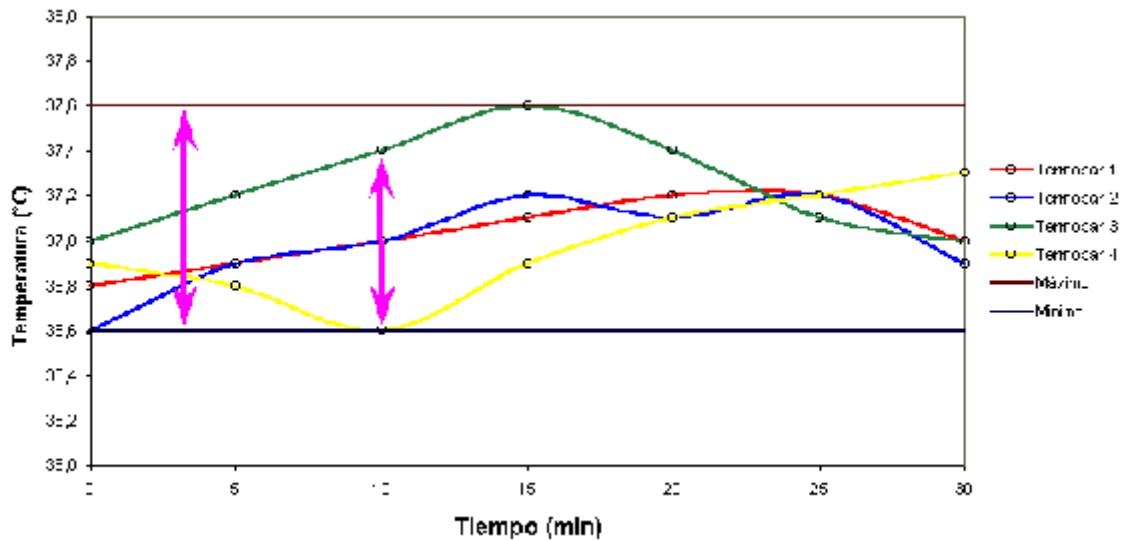
Temperaturas obtenidas en la estufa, con una consigna de 37 °C (todos los valores de temperaturas, en °C)						
Consigna en estufa	Tiempo de medida (m)	Termopar 1	Termopar 2	Termopar 3	Termopar 4	Máxima diferencia simultánea
15	0	36,8	36,6	37,0	36,9	0,4
15	5	36,9	36,9	37,2	36,8	0,4
15	10	37,0	37,0	37,4	36,6	0,8
15	15	37,1	37,2	37,6	36,9	0,7
15	20	37,2	37,1	37,4	37,1	0,3
15	25	37,2	37,2	37,1	37,2	0,1
15	30	37,0	36,9	37,0	37,3	0,4
Promedio de lecturas: 37,06 °C						
Máximo valor: 37,6 °C			Mínimo valor: 36,6 °C			

En base a los datos de la anterior tabla podemos concluir que cuando situamos el selector de temperatura de la estufa en 37 °C:

- se consigue una temperatura media de 37,06 °C;
- se encuentran valores de temperatura dentro de una franja de $\pm 0,5$ °C (ojo, no necesariamente alrededor del valor medio);

- en algunos momentos puede haber una diferencia de temperatura entre dos puntos de la estufa de 0,8 °C (entre los termopares 3 y 4 a los 10 minutos del inicio de las medidas).

Una representación gráfica de los valores obtenidos, como la siguiente, a menudo ayuda a comprender los resultados obtenidos:



De modo análogo habría que proceder para calibrar la distribución de temperaturas dentro de la estufa con las otras dos consignas, la de 15 °C y la de 50 °C.

Tercera fase:

En esta tercera fase se realiza una calibración de la estabilidad temporal de la estufa a calibrar: cómo varía la temperatura de un único punto del interior de la estufa para períodos de tiempo más largos. En realidad esta fase está destinada para investigar en la estufa la posibilidad de que se produzcan derivas en un mismo sentido de modo que al cabo de un determinado tiempo de funcionamiento la temperatura promedio en su interior pudiera estar fuera de un margen especificado. No se busca la existencia de derivas alternas alrededor de unos valores centrales o promedios.

Esta fase se realiza aprovechando el montaje de termopares realizado en la anterior fase segunda, pudiendo eliminar todos los termopares salvo uno. Puede hacerse este estudio de estabilidad temporal, no obstante, con todos los termopares y así obtener bastantes más datos sobre la estufa.

El proceso es idéntico al de la segunda fase, si bien, cambiando los tiempos entre sucesivas medidas y alargando la duración de la prueba. En principio no es necesario comprobar la estabilidad en todos los puntos de trabajo, siendo suficiente hacerlo solamente en uno que se elegirá según criterios que se exponen más adelante.

Debido a la coincidencia con la segunda fase, a continuación se describe brevemente la operación:

a) colocación de los termopares: se aprovechará la colocación realizada en la fase segunda, o bien si se deseara conocer la deriva de una nueva zona no estudiada bastará con mover uno de los termopares a la zona a estudiar; es conveniente anotar en algún registro dónde se colocó el termopar;

b) adquisición de datos: a continuación se ajustará el selector de temperatura de la estufa en uno de los puntos en los que queremos calibrarlo, siendo conveniente elegir o bien el punto más crítico para los ensayos que se hacen en la estufa o bien el punto que se suponga que más le cuesta conseguir y mantener a la estufa, normalmente los de temperaturas altas; una vez elegido el punto de estudio, se procederá como anteriormente, poniendo en marcha a la vez la estufa y el sistema de registro de temperaturas del SMT;

Ahora quizá sea más importante la duración de la prueba que el tiempo entre sucesivas medidas del SMT, siendo recomendable la primera vez hacer pruebas de estabilidad temporal a la estufa de una duración al menos igual a la cuarta parte de la máxima duración de los ensayos o cultivos que se realicen en ella; así, para cultivos de 15 días un estudio de la estabilidad de 4 días puede ser suficiente; para posteriores comprobaciones de la estabilidad este tiempo se puede ir reduciendo progresivamente si se obtienen resultados satisfactorios.

La siguiente tabla recoge los resultados de un estudio de estabilidad sobre la estufa del ejemplo a 15 °C:

Tiempo de medida (h)	Termopar 1 (°C)
1	14,8
2	15,1
3	15,2
4	15,2
5	14,6
6	14,6
7	15,2
8	15,2

Tiempo de medida (h)	Termopar 1 (°C)
9	14,4
10	14,6
11	15,0
12	14,9
13	14,3
14	14,6

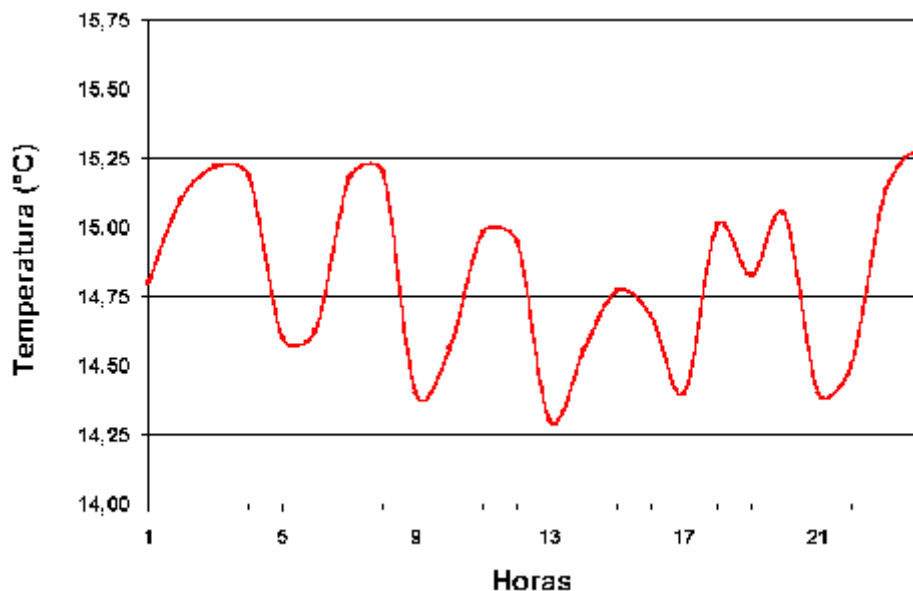
15	14,8
16	14,7

Tiempo de medida (h)	Termopar 1 (°C)
17	14,4
18	15,0
19	14,8
20	15,0
21	14,4
22	14,5
23	15,1
24	15,3

Pertencen a una estufa en la que se realizan ensayos o cultivos de tres días, por lo que la duración del estudio se ha prolongado durante 24 horas y se han tomado lecturas de temperatura cada hora; se ha utilizado solamente el termopar n° 1 de los anteriores, con las lecturas ya corregidas.

El valor medio que se obtiene ahora es de 14,82 °C, el máximo valor es de 15,3 ° y el mínimo de 14,3 °C.

La siguiente gráfica es una representación de los valores obtenidos:



En trazado rojo están los valores de la anterior tabla, en la que se puede comprobar que se obtienen resultados coherentes con los obtenidos en la segunda fase de la calibración:

- un valor medio dentro de una franja de valores muy similar a la obtenida antes ($\pm 0,5$ ° por encima y por debajo del valor central)

- un pequeño desplazamiento, 0,2 °C por debajo de la consigna, del valor medio con respecto al valor medio obtenido con el ejemplo indicado más atrás en la fase segunda, explicable fácilmente por la dificultad que tienen algunas estufas de poder seleccionar exactamente la temperatura de consigna;
- también se aprecia al trazar la línea de tendencia azul que representa, aproximadamente, el desplazamiento del valor medio a lo largo de las 24 horas de ensayo, un ligero enfriamiento nocturno (la hora real correspondiente al tiempo de medida 1h en el eje X es aproximadamente a las 15 h de la tarde, hora de inicio de la calibración, de modo que la hora real correspondiente al tiempo de medida 14 h del eje X y donde está el mínimo de la línea de tendencia representa aproximadamente las 3 h de la madrugada) causado probablemente por el cierre nocturno de los laboratorios, apagado de luces y equipos y posiblemente sistemas de refrigeración, etc... si bien este aspecto o conclusión no debe considerarse en la calibración, salvo que el enfriamiento detectado sea excesivo;
- también se aprecia muy bien los momentos en que actúa el termostato de la estufa.

Cuarta fase:

Esta fase tiene como único fin comprobar la deriva de los termopares del SMT que haya podido ocurrir entre las medidas de la primera fase y las de esta cuarta, con el propósito de dar validez a las correcciones halladas en la primera fase y que se emplearon en las fases segunda y tercera.

Con ello se consigue un SMT de menor incertidumbre que la que se obtendría con los termopares no calibrados específicamente para este menester. Esta operación es especialmente útil cuando es el propio laboratorio el que posee todos los equipos descritos y realiza la medida, a modo de calibración interna.

En principio la deriva se comprobará en un solo punto de los realizados en la fase primera, si bien podrá realizarse en varios o en todos y se utilizará la misma sistemática indicada en la anterior fase primera, enfrentando los termopares y el TR en el baño termostático, solo que ahora lo que nos interesa hallar no es el error absoluto de los termopares frente al TR sino la deriva del error o diferencia entre los errores hallados en la primera fase y los hallados en esta cuarta.

El ejemplo que se presenta responde a una comprobación de la deriva en todos los puntos (15, 37 y 50) y en la siguiente tabla aparecen los resultados:

Temperatura en Patrón (°C)	DERIVA ENCONTRADA EN LOS TERMOPARES			
	Termopar 1	Termopar 2	Termopar 3	Termopar 4
15,25	0,15	0,05	0,50	-0,11

37,11	0,21	-0,10	0,25	-0,12
49,95	0,20	-0,10	0,11	-0,13
DERIVA MÁXIMA	0,21	0,10	0,50	0,13

Se obtuvieron derivas medias de una décima (los termopares 2 y 4 respondieron muy bien) o dos décimas (el termopar 1 respondió algo peor), y una máxima de 5 décimas (el termopar 3 fue el peor de los cuatro), valor que aprovecharemos como una de las contribuciones para estimar la incertidumbre de las medidas realizadas.

Por lo general, es conveniente especificar un límite a las derivas para aceptar o rechazar los resultados, si bien no es práctico ser muy exigentes con los termopares. En el fondo la deriva máxima que consintamos a nuestro SMT dependerá de lo exigentes que seamos nosotros mismos, y derivas del orden de medio grado suelen ser buenas para obtener incertidumbres menores de medio grado.

Resultados e incertidumbre:

Como resultados a incluir en un certificado de calibración podemos citar:

- para describir la uniformidad espacial en cada una de las consignas calibradas (fase segunda)
- el valor medio de temperaturas obtenido;
- los valores máximos y mínimos de temperatura hallados;
- la máxima diferencia de valores simultáneos de temperatura hallada entre dos puntos;
- para describir la estabilidad temporal en cada una de las consignas calibradas (en principio, en una)
 - el valor medio de temperaturas obtenido a lo largo de toda la prueba;
 - la deriva hallada, en °C/día u otra unidad más adecuada.

En cuanto a la incertidumbre de las medidas realizadas, que no de la estufa, sin necesidad de recurrir a complicados cálculos estadísticos se podrá estimar la misma de acuerdo con la Guía EA-04/2³¹ de ENAC teniendo en cuenta solamente tres contribuciones:

- la del termómetro de referencia, que en nuestro caso es de $T_{ref} = 0,1 \text{ °C}$ para $k=2$
- la resolución del SMT, que en nuestro caso es $Res = 0,1 \text{ °C}$
- la máxima deriva hallada a los termopares, $Der = 0,5 \text{ °C}$

Todas estas contribuciones son de tipo B o experimentales y no se ha tenido en cuenta la desviación típica de las diversas medidas de temperatura que se obtuvieron para cada consigna calibrada (contribución de tipo A) porque asumiendo que respondieran a una distribución de valores de tipo gaussiana, su contribución es despreciable en este ejemplo frente a la deriva de los termopares, componente de mayor peso.

En sistemas de control de este estilo con un termostato o regulador más bien sencillo que se limita a encender o apagar una resistencia eléctrica para aportar calor o dejar de aportarlo dentro de la estufa en función de la orden que le da un sensor de temperatura, no siempre se encuentra que los valores de temperatura medidos se hallan mayormente en una franja cercana al valor medio, pudiéndose hallar estos valores en mayor número en los extremos del intervalo de oscilación de la temperatura que en la franja central.

De acuerdo con la guía citada, la incertidumbre se puede calcular con gran seguridad en función de las tres contribuciones citadas mediante la siguiente expresión:

$$I_T = \sqrt{T_{ref}^2 + \frac{Res^2}{3} - \frac{Der^2}{3}} = 0,3^{\circ}C$$

Si la calibración descrita en este ejemplo se realiza otras veces de modo análogo, esta expresión no variará y solo variará su resultado (al variar uno de estos: T_{ref} , Res o Der) que está estimado con un nivel de confianza del 95 %, correspondiente a un factor de cobertura de $k = 2$.

¹Guía para la acreditación de laboratorios que realizan análisis clínicos, G-ENAC-06, Rev 1, Julio 98.

²Entidad Nacional de Acreditación, CGA-ENAC-LE, Criterios Generales de Acreditación - Competencia Técnica de los Laboratorios de Ensayo, rev 5, feb 97

³Guía EA-04/2, o bien G-ENAC-02, Guía para la expresión de la incertidumbre de medida en las calibraciones

Citació recomanada per a aquest document:

Domínguez Bueno J. Calibración de los instrumentos de medida (no analizadores). In vitro veritas 2001;2, art. 23:<<http://www.acclc.cat>>