

GUÍA DE CALIBRACIÓN DE OPACÍMETROS INM/GTM-FR-E/02

Bogotá

Fecha publicación (2020-11-23)

Versión No.1

CONTENIDO

1. OBJETIVO.....	6
2. ALCANCE	6
3. ABREVIATURAS, SIGLAS Y SÍMBOLOS	6
4. DEFINICIONES	7
5. MARCO CONCEPTUAL	8
5.1. Instrumento bajo calibración.....	8
5.1.1. Fuente.....	8
5.1.2. Cámara	8
5.1.3. Detector.....	8
5.2. Método de calibración	9
5.3. Patrones de medición.....	10
6. DESCRIPCIÓN DE LA CALIBRACIÓN	11
6.1. Instrumentos auxiliares.....	11
6.2. Condiciones ambientales.....	12
6.3. Proceso calibración	12
6.3.1. Condiciones para la calibración	12
6.3.2. Actividades previas.....	13
6.3.3. Calibración	13
6.4. Tratamiento de datos.....	14
6.5. Estimación de la incertidumbre de medición.....	14
6.5.1. Definición del mensurando	15
6.5.2. Planteamiento del modelo matemático.....	15
6.5.3. Identificación de las fuentes de incertidumbre	15
6.5.4. Incertidumbre estándar.....	15
* Mediciones independientes	15
6.5.5. Cálculo de coeficientes de sensibilidad	16
6.5.6. Incertidumbre combinada	16
6.5.7. Incertidumbre expandida de medición	16
6.6. Presentación de los resultados.....	17

GUÍA DE CALIBRACIÓN DE OPACÍMETROS

2020-11-23

versión1

6.7.	Interpretación de resultados	18
6.8.	Aseguramiento de la validez de los resultados	18
6.8.1.	Control de los resultados	18
6.8.2.	Aseguramiento metrológico de patrones	18
6.8.3.	Buenas prácticas	19
6.9.	Trazabilidad metrológica.....	19
7.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	20

PRESENTACIÓN

Esta guía es el resultado del trabajo conjunto entre el Instituto Nacional de Metrología de Colombia - INM, miembros de la Red Colombiana de Metrología - RCM (Grupos de Trabajo por Magnitud) y el Organismo Nacional de Acreditación de Colombia – ONAC con el fin armonizar métodos de calibración y propender por la uniformidad y coherencia en criterios técnicos mínimos a emplear por los laboratorios de calibración y usuarios de estos métodos. Esta guía presenta metodologías reconocidas internacionalmente y se ha elaborado recogiendo el conocimiento y la experiencia de los miembros del equipo de trabajo, de tal forma que pueda ser usada como base para la elaboración de procedimientos e instructivos prácticos por parte de los laboratorios de calibración y ensayo.

En este sentido lo consignado en esta guía se constituye en un referente para:

- a. El Organismo Nacional de Acreditación de Colombia - ONAC.
- b. Los laboratorios de calibración y ensayo que involucren los métodos o criterios técnicos consignados en esta guía.
- c. Los laboratorios internos de las organizaciones o fabricantes que requieran el uso de estos métodos de calibración o criterios técnicos.

EQUIPO DE TRABAJO

Este documento fue elaborado en el espacio del Grupo Técnico por Magnitud de Fotometría y Radiometría de la Red Colombiana de Metrología. Para el desarrollo del documento se contó con la participación del Instituto Nacional de Metrología de Colombia - INM profesional Juliana Serna Saiz, el Organismo Nacional de Acreditación de Colombia - ONAC y los laboratorios de calibración que han desarrollado la magnitud relacionada y que han participado en las reuniones del grupo técnico:

Eurometric Colombia LTDA
Tecnología y Desarrollo Fenix

REVISIÓN

Mesa de Trabajo Técnico Científica de la Subdirección de Metrología Química y Biomedicina.

1. OBJETIVO

Establecer los lineamientos para la calibración de los instrumentos utilizados en la medición de emisiones de humo generadas por las fuentes móviles accionadas con ciclo diésel (opacímetros), que proporcionen herramientas para la evaluación de la competencia técnica de los laboratorios, con el fin de asegurar que las mediciones sean confiables y trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI).

2. ALCANCE

Esta guía describe las actividades de medición, estimación de incertidumbre y trazabilidad metrológica en la calibración de opacímetros con Materiales de Referencia Certificados (MRC). Está dirigida a las personas interesadas en el proceso de calibración de estos instrumentos, ya sea como herramienta para la implementación del servicio de calibración (laboratorios acreditados o en busca de acreditación), o como herramienta para los evaluadores de organismos de acreditación, como el ONAC.

3. ABREVIATURAS, SIGLAS Y SÍMBOLOS

IBC	Instrumento Bajo Control
k	Factor de cobertura
K	Coefficiente de absorción de luz
L	Longitud de trayectoria óptica efectiva
MRC	Material de Referencia Certificado
N	Opacidad
ONAC	Organismo Nacional de Acreditación de Colombia
R	Resolución del instrumento
SI	Sistema Internacional de Unidades
τ	Transmitancia regular
UV-Vis	Ultravioleta visible
U	Incertidumbre expandida
u_c	Incertidumbre combinada
$u(y)$	Incertidumbre combinada para las n fuentes
$u_i(y)$	Incertidumbre estándar para la fuente i
v_i	Grados de libertad para la fuente i
v_{eff}	Grados de libertad efectivos (coeficiente de t-Student)
\bar{V}_m	Promedio de los valores medidos
V_{MRC}	Valor certificado del MRC

4. DEFINICIONES

- **Radiación electromagnética (17-370)** (1): emisión o transporte de energía en forma de ondas electromagnéticas con los fotones asociados.
- **Transmitancia regular $[\tau]$ (17-1079)** (1): relación entre la parte transmitida regularmente del flujo (total) transmitido y el flujo incidente.
- **Opacidad $[N]$** (2): fracción de luz expresada en porcentaje (%), que al ser enviada desde una fuente, a través de una trayectoria obstruida por humo, no llega al receptor del instrumento de medición. Se expresa como:

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

Donde,

N= opacidad

τ = transmitancia regular (%)

- **Longitud de trayectoria óptica efectiva $[L]$** (2): longitud del haz de luz entre el emisor y el detector que es interceptado por la columna de humo. También denominada LTOE por sus siglas en inglés.
- **Coefficiente de absorción de luz $[k]$** (2): está definido a partir de la ley de Beer-Lambert:

$$k= - \frac{1}{L} \cdot \ln \left(1 - \frac{N}{100} \right) \quad \text{Ecuación 2}$$

Donde,

N= opacidad

L= Longitud efectiva del paso óptico

Los conceptos presentados a continuación se tomaron del Vocabulario Internacional de Metrología (VIM) 3ª Edición, 2012 (3):

- **Magnitud (1.1)**: propiedad de un fenómeno, cuerpo o sustancia, que puede expresarse cuantitativamente mediante un número y una referencia.
- **Mensurando (2.3)**: magnitud que se desea medir.
- **Error de medición (2.16)**: diferencia entre un valor medido de una magnitud y un valor de referencia.
- **Incertidumbre de medida (2.26)**: parámetro no negativa que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza
- **Calibración (2.39)**: operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medición asociadas obtenidas a partir de los patrones de medición, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medición a partir de una indicación.

- **Trazabilidad metrológica (2.41):** propiedad de un resultado de medición por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medición.
- **Verificación (2.44):** aportación de evidencia objetiva de que un elemento dado satisface los requisitos especificados
- **Ajuste de un sistema de medición (3.11):** conjunto de operaciones realizadas sobre un sistema de medición para que proporcione indicaciones prescritas, correspondientes a valores dados de la magnitud a medir.
- **Patrón de medición (5.1):** realización de la definición de una magnitud dada, con un valor determinado y una incertidumbre de medición asociada, tomada como referencia.

5. MARCO CONCEPTUAL

Este numeral presenta los principales conceptos utilizados para las mediciones de opacidad y específicamente en la calibración de opacímetros. El numeral 5.1 presenta el opacímetro y sus principales partes, en el numeral 5.2 se define el método de calibración de estos equipos, el numeral 5.3 se presentan los patrones que se utilizan durante el procedimiento de calibración.

5.1. Instrumento bajo calibración

Un opacímetro es un instrumento utilizado para medir, de manera continua, la opacidad o el coeficiente de absorción luminosa de los gases de escape generados por las fuentes móviles accionadas con ciclo diésel (4). En general, un opacímetro está compuesto de 3 partes principales: una fuente emisora de luz, una cámara cerrada y un detector (5).

5.1.1. Fuente

Es la encargada de generar radiación electromagnética. La fuente debe ser una lámpara de incandescencia con un color de temperatura en el intervalo de 2800 K a 3250 K o un LED que emita una luz verde con un pico espectral entre 550 nm y 570 nm (6).

5.1.2. Cámara

Es un espacio cerrado diseñado específicamente para llenarse del humo que resulta de los gases generados durante la combustión del diésel. En uno de los extremos de la cámara se encuentra ubicado la fuente y al otro extremo se ubica el detector. En esta parte del instrumento se realiza la medición de la opacidad del humo. Por lo general, las paredes de la cámara se mantienen a una temperatura superior a los 70 °C (4).

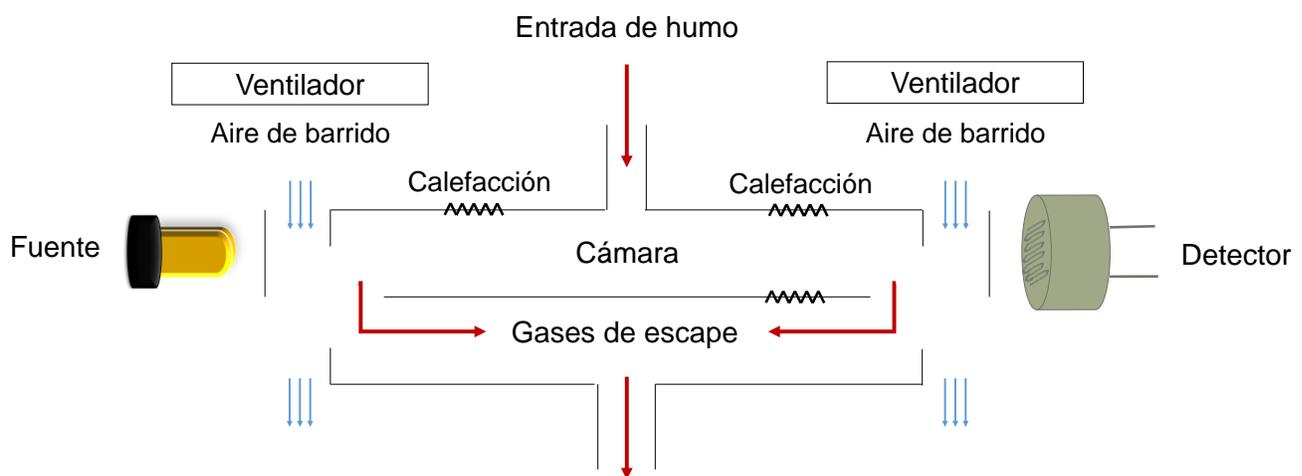
5.1.3. Detector

El detector consiste en una celda fotoeléctrica o un fotodiodo (con un filtro de ser necesario). Para los opacímetros que utilizan como fuente una lámpara de incandescencia, el detector debe tener una

respuesta espectral similar a la curva de visión que posee el ojo humano, en el intervalo de longitudes de onda de 550 nm a 570 nm, y para longitudes de onda por debajo de 430 nm y por encima de 680 nm una reducción gradual en el valor de la respuesta (2; 6). El detector transforma la radiación recibida en señales eléctricas y posteriormente las convierte en unidades de opacidad (4).

La Figura 1 presenta el esquema general de un opacímetro (4).

Figura 1. Esquema general de un opacímetro. Esquema tomado de la referencia (4)



5.2. Método de calibración

El principio de medición para determinar la opacidad está basado en el concepto de transmitancia, para el cual, la energía radiante que incide sobre una superficie es transmitida parcialmente, dependiendo de la capacidad que tiene un material para atenuarla (5). En los opacímetros, se determinan las propiedades de oscurecimiento de la luz, que tiene el medio (humo), mediante la relación entre la luz transmitida, a través de una longitud específica de la cámara del instrumento y la porción de luz incidente que llega al detector (6).

La calibración de un opacímetro comprende un conjunto actividades realizadas con el fin de conocer los errores del instrumento al realizar una medición. Los valores obtenidos en estas mediciones, a condiciones determinadas, se comparan con los valores de los materiales de referencia certificados, utilizados como patrones de medición y finalmente, se estima la incertidumbre asociada a la calibración.

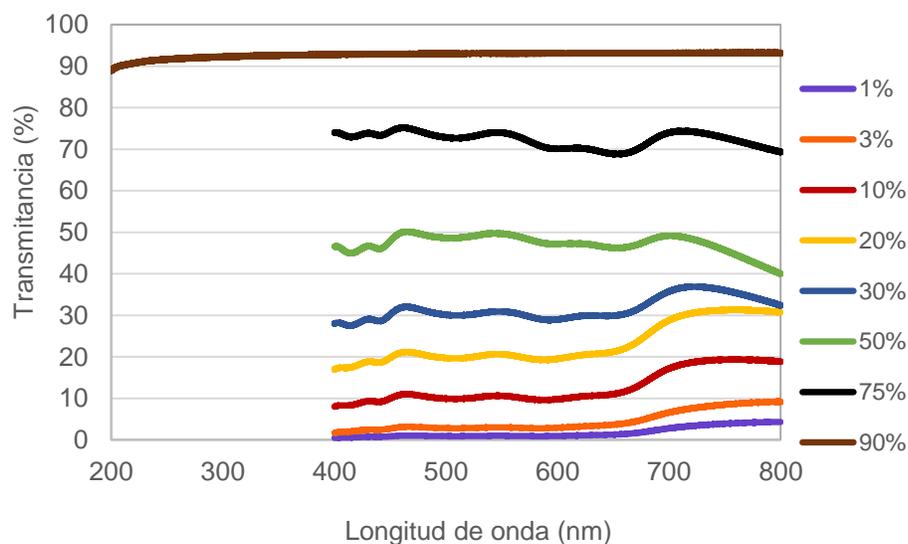
5.3. Patrones de medición

El patrón de medición ideal para calibrar un opacímetro debe cumplir con las siguientes condiciones (7; 8):

- El material debe ser transparente y estar libre de interferentes en el intervalo de longitudes de onda de interés (540 nm a 590 nm).
- La transmitancia no debe variar significativamente con la temperatura ni con la longitud de onda (ópticamente neutro).
- Debe tener baja reflectancia.
- El patrón de medición no puede ser fluorescente.
- Debe ser estable, homogéneo y libre de esfuerzos residuales.

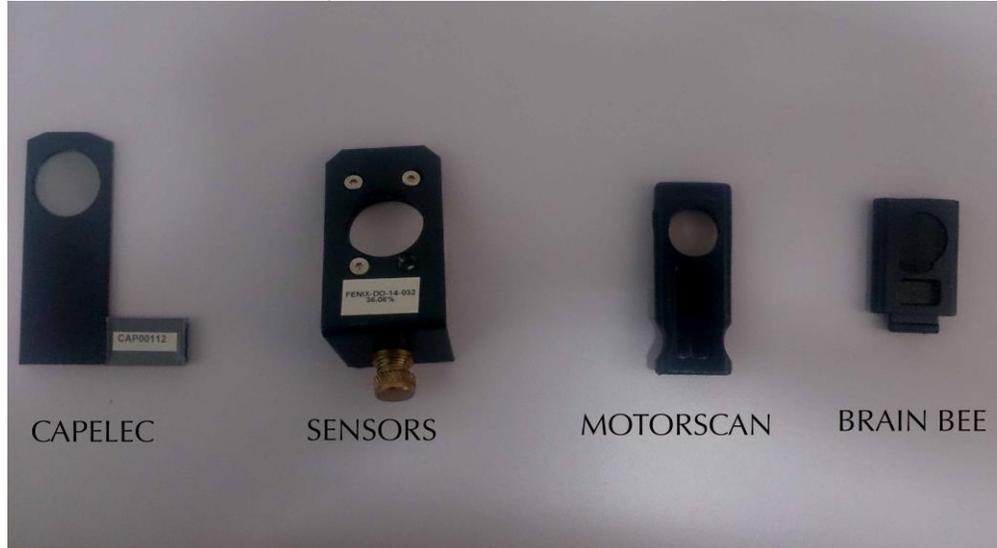
Los filtros de densidad óptica neutra cumplen satisfactoriamente estos requisitos y cuando se calibran, pueden ser utilizados como patrones o materiales de referencia certificados en la calibración de opacímetros y de otros instrumentos, como los espectrofotómetros UV-Vis. Los filtros están hechos de vidrio o de metales sobre cuarzo. La Figura 2 presenta el espectro de absorción de un conjunto de filtros de densidad óptica neutra utilizado para la calibración.

Figura 2. Espectro de un conjunto de filtros de densidad óptica neutra



La Figura 3 presenta una imagen de diferentes filtros utilizados para la calibración de opacímetros. Como se puede observar dependiendo de la marca del opacímetro se tiene una geometría diferente de la montura que soporta el vidrio; sin embargo, el valor de la transmitancia regular del vidrio no se afecta por la geometría de las diferentes monturas.

Figura 3. Foto de diferentes tipos de geometrías de los filtros utilizados para la calibración de opacímetros



Nota: Foto tomada de la referencia (9)

6. DESCRIPCIÓN DE LA CALIBRACIÓN

La calibración de un opacímetro contempla varios aspectos, los cuales se presentan en los siguientes numerales así: los numerales 6.1 y 6.2 presentan los instrumentos auxiliares que se deben utilizar durante la calibración y las recomendaciones generales a tener en cuenta con relación a las condiciones ambientales durante la calibración; los numerales 6.3 y 6.7 describen las etapas de la calibración, el tratamiento de los datos; la estimación de la incertidumbre de medición, la presentación y la interpretación de los resultados, respectivamente; los numerales 6.8 y 6.9 establecen los lineamientos y recomendaciones para el aseguramiento de la validez de los resultados y las consideraciones para declarar la trazabilidad metrológica de las mediciones hechas durante la calibración.

6.1. Instrumentos auxiliares

Las condiciones ambientales se deben registrar y monitorear durante el proceso de calibración del opacímetro, por lo tanto se hace necesario contar con los siguientes instrumentos auxiliares:

- Termómetro, utilizado para la medición de la temperatura del ambiente del laboratorio en el cual se realice la calibración.
- Higrómetro, utilizado para la medición de la humedad relativa del ambiente del laboratorio en el cual se realice la calibración.
- Cronómetro, utilizado para establecer el tiempo de estabilización de la respuesta del opacímetro.

6.2. Condiciones ambientales

Se recomienda que las condiciones ambientales durante la calibración de un opacímetro se encuentren entre:

Temperatura 5 °C y 55 °C

Humedad relativa < a 90%

Durante la calibración, la temperatura no puede variar en más de +/- 3 °C y la humedad relativa en más de +/- 10%, sin superar el 90% (4).

6.3. Proceso calibración

La calibración de un opacímetro consiste en establecer la diferencia entre el resultado medido por el instrumento bajo calibración y el valor certificado del patrón de medición, en otras palabras el error del instrumento. Este proceso comprende un conjunto de actividades que deben realizarse sistemáticamente para asegurar la calidad de los resultados. En este sentido, es necesario que el laboratorio de calibración tenga en cuenta los lineamientos que se describen a continuación.

6.3.1. Condiciones para la calibración

La calibración de un opacímetro se realiza en sitio. Las siguientes son algunas consideraciones a tener en cuenta para el correcto desarrollo del servicio:

- El IBC debe estar limpio en su exterior, sin golpes, daños y/o grietas.
- Las partes ópticas del IBC deben estar en buen estado
- Las conexiones eléctricas del equipo deben estar limpias, libres de polvo, en buen estado, no debe presentar desgaste o añadiduras y debe estar correctamente conectado a la línea de electricidad.
- El IBC debe contar con la sonda, manguera y demás accesorios. Estos deben estar en perfecto estado.
- El IBC deberá apagado, en el lugar en el que se va a realizar la calibración, por lo menos 18 horas, para así garantizar su estabilidad térmica (4).
- El laboratorio cuente con condiciones de temperatura y humedad estables y apropiadas para la calibración.
- El IBC debe contar con su respectivo manual, especificaciones técnicas o el instructivo de manejo.
- Identificar y relacionar, en el certificado de calibración, el serial del instrumento bajo calibración.

6.3.2. Actividades previas

El laboratorio de calibración debe tener en cuenta, previo a la calibración, las siguientes actividades:

1. Definir los Materiales de Referencia Certificados (MRC) a utilizar, teniendo en cuenta las especificaciones del instrumento bajo calibración, así como los requerimientos específicos del dueño del instrumento, registrarlos en un documento acordado por ambas partes, por ejemplo la cotización del servicio.
Nota: de presentarse algún desvío, se debe acordar con este las nuevas condiciones de calibración y se debe dejar el respectivo registro.
2. Asegurar que el opacímetro a calibrar es compatible con la geometría del filtro (de acuerdo a su modelo y marca).
3. Realizar la recepción oficial del instrumento revisando que éste funcione correctamente (custodia).
4. Realizar un reconocimiento general del instrumento bajo calibración, su operación y su configuración básica (ubicación de las partes principales).
5. Asegurar que los MRC se encuentran limpios y en buen estado. De no ser así, se debe realizar la limpieza de los mismos.
6. Asegurar que las condiciones ambientales del laboratorio son apropiadas para el uso de los Materiales de Referencia Certificados (patrones) y del opacímetro.
7. Después de encendido el opacímetro se debe esperar un tiempo para el calentamiento del instrumento. Este tiempo dependerá de lo que especifique el fabricante.

6.3.3. Calibración

La calibración del opacímetro se realiza de acuerdo con los siguientes lineamientos (2; 4; 5):

1. Registrar las condiciones ambientales (temperatura y humedad) del lugar en el cual se está realizando la calibración.
2. Registrar la identificación del instrumento a calibrar (serial), los materiales de referencia certificados a utilizar, el responsable de realizar la calibración y cualquier otra información relevante para el servicio.
3. Realizar una verificación inicial del opacímetro. Para esto ubicar uno de los filtros materiales de referencia certificado y medir el valor de opacidad. Si el error es menor al valor máximo permitido no es necesario realizar ajustes, por el contrario, si el error supera el valor máximo permitido se debe realizar el ajuste del instrumento (de acuerdo con lo establecido por el fabricante).
Nota: de acuerdo con la norma NTC 4231 el valor error máximo permitido es de +/- 2 unidades de opacidad (2).

Una vez el opacímetro ha pasado la verificación se procede a realizar su calibración:

4. Medir el cero de opacidad utilizando el aire como referencia. El instrumento debe tener una desviación inferior a +/-1 % de opacidad (2).

5. Ubicar uno de los MRC y con ayuda de un cronómetro medir el tiempo de estabilización de la indicación dada por el opacímetro.
Nota: este es el tiempo que se va dejar para que se estabilice la indicación en todas las mediciones que se realicen a continuación.

La siguiente secuencia de actividades se debe realizar con por lo menos con 4 filtros:

6. Medir nuevamente el cero de opacidad, con aire como referencia y teniendo en cuenta el tiempo de estabilización.
7. Ubicar el filtro de densidad óptica neutra en el compartimiento de filtros del opacímetro
8. Realizar la medición del mismo. Se deben hacer por lo menos 7 mediciones.
Nota 1: realizar la medición del cero entre cada medición.
Nota 2: esperar a que el valor reportado por el instrumento sea estable.
9. Registrar las condiciones ambientales al final la calibración.

6.4. Tratamiento de datos

Para el tratamiento de los datos obtenidos durante la calibración, se debe tener en cuenta las siguientes consideraciones:

- Se debe calcular el promedio y la desviación estándar de todas las mediciones realizadas por cada filtro.
- Establecer el valor del error por cada filtro, para esto se deben tener en cuenta los valores de los materiales de referencia de certificados utilizados durante la calibración (ver definición de error en el numeral 4).
- La diferencia entre la lectura máxima y la mínima, así como la diferencia entre el promedio de las lecturas y el valor de referencia no deben superar los errores máximos permitidos, antes mencionados (4).
- Si se realizó el ajuste del opacímetro se deben registrar los valores medidos antes y después del ajuste.
- Estimar la incertidumbre de la medición, de acuerdo a los lineamientos del numeral 6.5.

6.5. Estimación de la incertidumbre de medición

La estimación de la incertidumbre asociada a la calibración del opacímetro se realiza con base en los lineamientos presentados en la Guía para la estimación de la incertidumbre GUM (10). Los pasos para la estimación se presentan en los siguientes numerales:

6.5.1. Definición del mensurando

Como se mencionó en el numeral 5.2, el método de calibración de un opacímetro es el método de medición directa. En este sentido, el mensurando está definido como el error de medición.

6.5.2. Planteamiento del modelo matemático

El modelo matemático que representa el error está definido como la diferencia entre el valor medido y el valor de referencia y está definido por la siguiente ecuación:

$$\text{Error}_N = (V_m - V_{MRC}) \quad \text{Ecuación 3}$$

6.5.3. Identificación de las fuentes de incertidumbre

Las fuentes de incertidumbre asociadas a la calibración de un opacímetro vienen dadas por:

V_m , Valor medido – el cual tiene dos componentes la repetibilidad y la resolución.

V_{MRC} , Valor del patrón de medición (incertidumbre del MRC)

6.5.4. Incertidumbre estándar

La incertidumbre estándar para cada una de las fuentes se evalúa de acuerdo a las ecuaciones dadas en la Tabla 1.

Tabla 1 Ecuaciones para calcular la incertidumbre estándar para cada una de las fuentes de aporte

Fuente de incertidumbre	Tipo de evaluación	Ecuación	
Repetibilidad	Tipo A	$u_{\text{Repetibilidad}} = \frac{\text{desviación estándar}}{\sqrt{\text{Número de mediciones}}^*}$	Ecuación 4
MRC	Tipo B	$u_{\text{MRC}} = \frac{U_{\text{MRC}}}{\text{Factor de cobertura}}$	Ecuación 5
Resolución	Tipo B	$u_{\text{Resolución}} = \frac{\text{Resolución}}{\sqrt{12}}$	Ecuación 6

* Mediciones independientes

6.5.5. Cálculo de coeficientes de sensibilidad

Los coeficientes de sensibilidad se obtienen derivando el modelo matemático en función de cada una de las variables asociadas. Para esto se emplea la siguiente ecuación general:

$$C_i = \frac{\Delta \text{Error}_N}{\Delta \text{variable}} = \frac{\delta \text{Error}_N}{\delta \text{variable}} \quad \text{Ecuación 7}$$

Nota 1: las variables son cada una de las fuentes de incertidumbre definidas en la Tabla 1.

Nota 2: las derivadas parciales para el modelo matemático propuesto en la ecuación 3 son 1

6.5.6. Incertidumbre combinada

La expresión general para estimar la incertidumbre estándar combinada consiste en una suma lineal de términos, que representan las variaciones de cada fuente de incertidumbre, como se presenta en la siguiente ecuación:

$$U_{c,N} = \sqrt{C_{\text{Rep}}^2 U_{\text{Rep}}^2 + C_{\text{MRC}}^2 U_{\text{MRC}}^2 + C_{\text{Res}}^2 U_{\text{Res}}^2} \quad \text{Ecuación 8}$$

6.5.7. Incertidumbre expandida de medición

Teniendo en cuenta que la distribución estadística que mejor define el conjunto de datos es la distribución t-Student, se debe calcular el coeficiente t-Student con el cual se estima la incertidumbre expandida con un nivel de confianza de 95%. Para calcular este coeficiente, se calculan primero los grados efectivos de libertad con base en la ecuación de Welch-Satterthwaite, presentada a continuación:

$$V_{\text{eff}} = \frac{u(y)^4}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i(y)^4}{v_i}} \quad \text{Ecuación 9}$$

Donde:

- $u(y)$, incertidumbre combinada para las n fuentes
- $u_i(y)$, incertidumbre estándar para la fuente i
- v_i , grados de libertad para la fuente i
- v_{eff} , grados de libertad efectivos (coeficiente de t-Student)

Una vez se han calculados los grados efectivos de libertad y conociendo el nivel de confianza requerido, se determina, partir de una tabla de distribución t-Student, el factor de cobertura a emplear para estimar la incertidumbre expandida mediante la siguiente expresión:

$$U = k \cdot u_c$$

Ecuación 10

Donde:

U, incertidumbre expandida
k, factor de cobertura o factor t-Student
 u_c , incertidumbre combinada

6.6. Presentación de los resultados

El certificado o informe de calibración debe cumplir con los requisitos indicados en ISO/IEC 17025:2017. Los resultados se deben presentar de manera exacta, clara, inequívoca y objetiva. Se debe incluir toda información necesaria para la interpretación de los resultados de medición y una descripción del método utilizado (11). El laboratorio debe consultar el numeral 7.8 de la norma con el fin de conocer los requisitos para la elaboración de los certificados.

En este sentido, se recomienda que el laboratorio incluya dentro del certificado por lo menos la siguiente información:

1. **Descripción del instrumento:** en esta sección describir la marca, modelo y número de serie o identificación inequívoca del IBC
2. **Método de calibración:** en esta sección describir el método utilizado durante la calibración, hacer mención al procedimiento del laboratorio correspondiente, especificar el número de repeticiones, relacionar los MRC utilizados e incluir toda la información relevante del método.
3. **Condiciones ambientales:** en esta sección especificar el intervalo de humedad y temperatura durante la calibración.
Nota: Cuando se reporten las unidades se debe tener en cuenta la resolución de los instrumentos utilizados para la medición.
4. **Resultados de la calibración:** el laboratorio debe presentar los resultados en unidades de opacidad (%). El número de cifras decimales debe coincidir con la resolución del IBC. El certificado debe incluir, por cada filtro, el valor medido, el valor de referencia, el error y la incertidumbre asociada.
5. **Incertidumbre de medición:** en esta sección especificar el factor de cobertura, el nivel de confianza y una declaración de la función de densidad de probabilidad del mensurando.
6. **Trazabilidad metrológica:** realizar una declaración de la trazabilidad metrológica al SI, especificando las unidades y la identificación de los materiales de referencia certificados utilizados. Si el laboratorio lo considera necesario puede incluir las incertidumbres del patrón de medición.
7. A lo largo de todo el documento, el laboratorio debe ser consistente con el separador decimal, y si lo considera necesario, especificarlo al cliente.

6.7. Interpretación de resultados

De acuerdo con la definición de calibración, la segunda etapa de este proceso consiste en utilizar la información obtenida durante este proceso, es decir los errores del instrumento, para establecer una relación que permita obtener un resultado de medición a partir de una indicación, lo que significa corregir los errores del instrumento cuando se están haciendo mediciones de rutina. La interpretación de los resultados la realiza el cliente, pero es un valor agregado, por parte del laboratorio de calibración, brindar asistencia al usuario sobre el correcto uso del certificado.

6.8. Aseguramiento de la validez de los resultados

Con el fin de asegurar la validez de los resultados obtenidos en las mediciones que se realizan durante el proceso de calibración, el laboratorio debe realizar un control efectivo de los datos e implementar buenas prácticas de medición.

6.8.1. Control de los resultados

De acuerdo con lo establecido por la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017 (11), para asegurar la validez de los resultados, el laboratorio debe:

- Registrar los datos obtenidos de la calibración de tal forma que se evidencien tendencias.
- Realizar los cálculos intermedios sin redondeo de cifras significativas. Solo el resultado final se presenta redondeado.
- Cuando sea posible, utilizar esquemas de verificación. En este caso, el laboratorio puede contar con un espectrofotómetro, utilizándolo para realizar las verificaciones a los filtros patrones, por medio de cartas de control.
- Participar en comparaciones interlaboratorio.
- Realizar una revisión de los resultados informados, por ejemplo, utilizando hojas de cálculo o software previamente validados.

6.8.2. Aseguramiento metrológico de patrones

Los Materiales de Referencia Certificados utilizados como patrones en la calibración de los opacímetros deben contar con esquema para el aseguramiento metrológico. Lo anterior se resumen en:

- Contar con un programa de mantenimiento, verificación y calibración de los Materiales de Referencia Certificados utilizados como patrones en la calibración del opacímetro
- Realizar verificaciones periódicas de los MRC, idealmente por medio de gráficos de control, de manera tal que se puedan evidenciar posibles desviaciones a los valores de opacidad reportados en los certificados de calibración de los mismos.
- Establecer la periodicidad de calibración de los MRC, teniendo en cuenta información proporcionada por los gráficos de control, por recomendaciones del fabricante, entre otros.

6.8.3. Buenas prácticas

A continuación, se describen algunas de las prácticas que se recomiendan seguir durante el proceso de calibración de los opacímetros.

Instrumento bajo calibración

- Realizar una inspección visual al instrumento bajo calibración, evidenciando su buen estado, limpieza y correcto desempeño. El compartimento de muestra debe encontrarse limpio.
- Realizar la transferencia de la cadena de custodia del instrumento
- Idealmente, estar acompañado del responsable del instrumento.
- Dejar estabilizar la fuente del instrumento de acuerdo con lo establecido en el manual del usuario.

Condiciones ambientales

- Mantener registro de las condiciones ambientales.
- Suspender la calibración si las condiciones ambientales del laboratorio no cumplen con las condiciones de uso del instrumento o de los MRC.

Patrones (MRC)

- Asegurar, previo a la calibración, que los filtros se encuentran limpios y en buen estado.
- Manipular en todo momento los filtros con guantes libres de polvo y fibras.
- Los filtros deben ubicarse en el mismo sentido en el cual fueron calibrados.
- Durante los tiempos muertos guardar los filtros en sus respectivos estuches.
- Si los filtros presentan algo de polvo en su superficie, es posible soplarlos con aire seco o una pera de aire.

Se recomienda documentar las acciones de buenas prácticas, con el propósito de tener evidencias de las mismas.

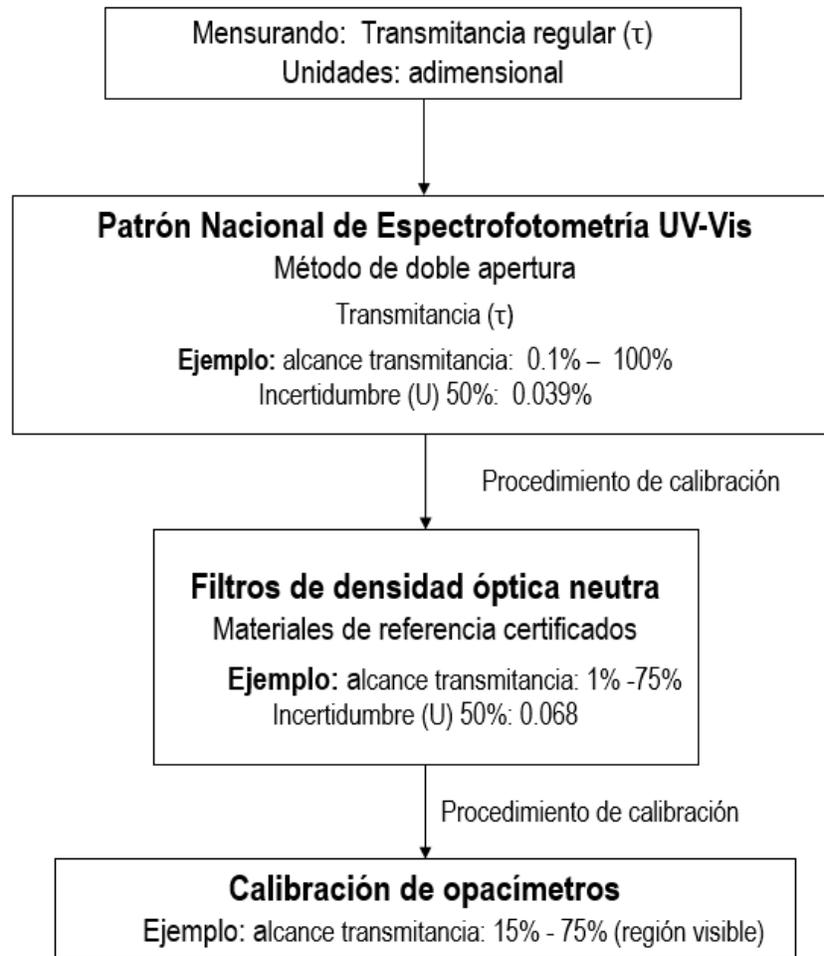
6.9. Trazabilidad metrológica

El laboratorio debe asegurar que los Materiales de Referencia Certificados, utilizados en la calibración, cuenten con trazabilidad metrológica al Sistema Internacional de Unidades (SI). Por lo anterior, el laboratorio debe conservar los siguientes registros:

- Certificado de calibración de los MRC emitido por un laboratorio acreditado, en el cual se garantice su incertidumbre y trazabilidad metrológica al SI.
- Carta de trazabilidad metrológica en la que se evidencie claramente la cadena ininterrumpida de calibraciones y por cada eslabón, se haga referencia al procedimiento de medición utilizado para la calibración, la incertidumbre asociada y el instrumento bajo calibración.

La Figura 4 presenta un ejemplo de carta de trazabilidad para esta medición:

Figura 4. Ejemplo de carta de trazabilidad para la medición de opacidad



7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. **Comité Internacional de Iluminación.** ILV: Vocabulario Internacional de Iluminación. s.l. : CIE Standards, 2011. Vol. CIE S 017/E:2011.
2. **Norma Técnica Colombiana 4231.** Procedimientos de evaluación y características de los equipos de flujo parcial necesarios para medir las emisiones de humo generadas por las fuentes móviles accionadas con ciclo diesel. 2012. Vol. Segunda actualización, I.C.S.: 13.040.50.
3. **International Bureau of Weights and Measures.** International vocabulary of metrology - Basic and general concepts and associated terms (VIM). 2012. Vol. 3 Edición, JCGM 200:2012.

4. **Centro Español de Metrología (CEM).** Q-011 Procedimiento de calibración de opacímetros. 2004.
5. **CENAM.** *Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en la calibración de opacímetros.* México : s.n., 2018.
6. **International Standard Organization.** ISO 11614 Reciprocating internal combustion compression-ignition engines - Apparatus for measurement of the opacity and for determination of the light absorption coefficient of exhaust gas. 1999.
7. **Tony Owen , Agilent Technologies.** *Fundamentos de la espectroscopía UV-VIS Moderna, Conceptos Básicos.* s.l. : Agilent Technologies, 2000.
8. **National Bureau of Standards.** *Glass Filters as a Standar Reference Material for Spectrophotometry, Selection, Preparation, Certification, and Use of SRM 930 AND srm 1930.* Gaithersburg, MD : NBS Special Publication, 1994. 260-116.
9. *Neutral density filters calibration for spectrophotometric laboratories.* **Gustavo A. Vega, Sergio D. Cubillos, Jairo Ruiz y Andrés Nuñez.** 2, Bogotá : Revista Visión electrónica: algo mas que un estado sólido, 2016, Vol. 10.
10. **International Bureau of Weights and Measures.** *Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement.* 2008. Vol. 1 Edición , JCGM 100.
11. **Organización Internacional de Estandarización, ISO.** ISO/IEC 17025, Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración. 2017.

Instituto Nacional de Metrología de Colombia - INM
Subdirección de Metrología Química y Biomedicina, Red Colombiana de Metrología.
Av. Cra 50 No 26-55 Int. 2 CAN - Bogotá, D.C. Colombia
Conmutador: (571) 254 22 22
E-mail: contacto@inm.gov.co
www.inm.gov.co
www.rcm.gov.co

Organismo Nacional de Acreditación de Colombia - ONAC
Av. Calle 26 # 57 – 83, Torre 8, Oficina 1001 - Bogotá, D.C. Colombia
PBX: +571 742 7592
E-mail: onac@onac.org.co
www.onac.org.co