



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

**MANTENIMIENTO PREVENTIVO, CORRECTIVO,
CALIBRACIÓN Y CALIFICACIÓN DE EQUIPOS DE
LABORATORIO FARMACÉUTICO**

INFORME DE ACTIVIDADES PROFESIONALES

Que para obtener el título de
Ingeniero Mecatrónico

P R E S E N T A

Galileo Arias Ramírez

ASESOR DE INFORME

M.I. Billy A. Flores Medero Navarro



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2016

Facultad de Ingeniería

División de Ingeniería Mecánica e Industrial

INTELLIGENT SERVICES FOR LABORATORIES S.A. DE C.V. (ISL)

Dirección: Avenida Javier Rojo Gómez #382 loc k, Col. Agrícola Oriental, Del. Iztacalco, DF, CP. 08500

Página Web: <http://www.interservilab.com/>

TÍTULO: Mantenimiento preventivo, correctivo y calificación de equipos de laboratorio farmacéutico.

Índice

INFORME DE TRABAJO PROFESIONAL	4
Introducción	4
Objetivo.....	4
Capítulo I	5
1. Descripción de la Empresa.....	5
1.1. Historia	5
1.2. Visión	6
1.3. Misión	6
1.4. Valores	6
1.5. Competencias	6
1.6. Organigrama	7
1.7. Descripción del Puesto	8
Capítulo II	9
2. Descripción del puesto de trabajo.....	9
2.1. Perfil del puesto.....	9
2.2. Objetivo del puesto	9
2.3. Funciones.....	9
Capítulo III	11
3. Antecedentes.....	11
3.1. Definiciones	11
3.2. Variables a Medir.....	12
3.3. Equipos de Laboratorio.....	22
Capítulo IV	36
4. Participación en la Empresa.....	36
4.1. Mantenimiento Preventivo.....	36
4.2. Calibraciones.....	40
4.2.1. Temperatura (TRP)	40
4.2.2. Temperatura y Humedad (Termohigrómetros).....	49
4.3. Calificaciones	53
4.4. Capacitación	60
5. Análisis de Resultados	62
6. Conclusiones.....	63

INFORME DE TRABAJO PROFESIONAL

Introducción

En este reporte haré mención de mis actividades profesionales realizadas dentro de la empresa Intelligent Services for Laboratories S.A. de C.V. como Ingeniero Mecatrónico en el área de servicio.

En este reporte se dará clara y detalladamente mi participación profesional dentro de la empresa, se mostrará la relación de los conocimientos adquiridos durante la carrera con los conocimientos adquiridos durante mi experiencia laboral que complementan mi formación como Ingeniero y Profesionista. Se presentarán los trabajos en donde tome parte, describiéndolos, analizándolos y mostrando los fundamentos técnicos que sustentan los conocimientos obtenidos y los trabajos realizados que ayudaron a mi crecimiento profesional y personal.

Objetivo

El presente informe tiene como objetivo mostrar las actividades desempeñadas, por un Ingeniero de Servicio para realizar el mantenimiento preventivo, correctivo, calibración y el proceso de calificación de equipos de laboratorio farmacéutico, de tal manera que se vean reflejados los conocimientos de ingeniería aplicada necesarios para realizar las actividades antes mencionadas, que son algunas de las tareas cotidianas realizadas por un ingeniero de servicio en la empresa Intelligent Services For Laboratories S.A. de C.V.

Capítulo I

1. Descripción de la Empresa

La empresa donde se desarrolló el proyecto está dedicada exclusivamente a cubrir las necesidades de tipo ingenieril, es decir, su principal eje de acción es la ejecución de los mantenimientos preventivos y correctivos, instalación y desinstalación de equipos, adecuaciones, capacitaciones a usuario, calibraciones, calificaciones (IQ,OQ,PQ) y en general cualquier aspecto relacionado con la parte técnico/ingenieril de los equipos de laboratorio. Actualmente la empresa está en la posibilidad de cubrir el 90% de las necesidades tecnológicas de cualquier laboratorio farmacéutico. Hoy por hoy, la empresa cuenta con la infraestructura para garantizar el suministro oportuno de los insumos, ofrecer el mantenimiento preventivo y correctivo de los equipos, así como la implementación y actualización tecnológica de las áreas mencionadas de acuerdo a los avances de las compañías representadas.

1.1. Historia

La empresa nace el 28 de junio de 2006 como una necesidad latente en materia de servicio técnico especializado por parte de las empresas asociadas dedicadas exclusivamente a la venta de equipamiento e insumos a nivel farmacéutico. La esencia con la que se forma esta empresa inicialmente es: “realizar negocios a través del conocimiento ingenieril especializado con la industria que puedan generar alto valor agregado y cuyos servicios puedan ser replicables fomentando así el crecimiento de manera ordenada y constante”.

Desde su origen, los socios han sido capaces de reconocer que siendo una empresa proveedora de servicios mas no fabricante o productora, el vínculo con quienes sí lo son; juega un papel medular en su ejecución manteniendo como prioridad de negocio: la conservación de los contactos, las alianzas comerciales, las capacitaciones del fabricante, el abasto directo de insumos y refacciones, el soporte técnico y la búsqueda de nuevas alianzas, como parte importante del desarrollo integral de la empresa.

Gracias a esta filosofía, la empresa ha podido generar un alto valor agregado en lo que a alianzas comerciales se refiere, obteniendo representación y relaciones comerciales con empresas de alto renombre como lo son: *Arrow , Medtronic , Deltec , Pall , Equipar , Globe Chemical, Pharmacia Upjhon , Mayasa, Fisher Scientific, Thermo Scientific, Johnson & Johnson, Biomerieux, Abx, Behnk Electronik, Becton Dickinson, Avl, Roche, Julabo, R&G , Tecnosuma, Beckman Coulter, Striker, Binder, MMM Group, Maquet, Air Liquid, Hot Pack*, entre muchas otras.

1.2.Visión

Ofrecer una opción técnica altamente especializada, económica, inteligente y sobretodo viable para servicios de ámbito ingenieril a equipo farmacéutico a nivel nacional.

1.3.Misión

Brindar profesionalmente servicios de mantenimiento preventivo, correctivo, calificaciones, calibraciones, instalaciones, capacitaciones y asesoría en general a equipos del área farmacéutica, fomentando tanto la generación de la cadena de negocio entre trabajadores-proveedores-clientes así como la rentabilidad para los accionistas.

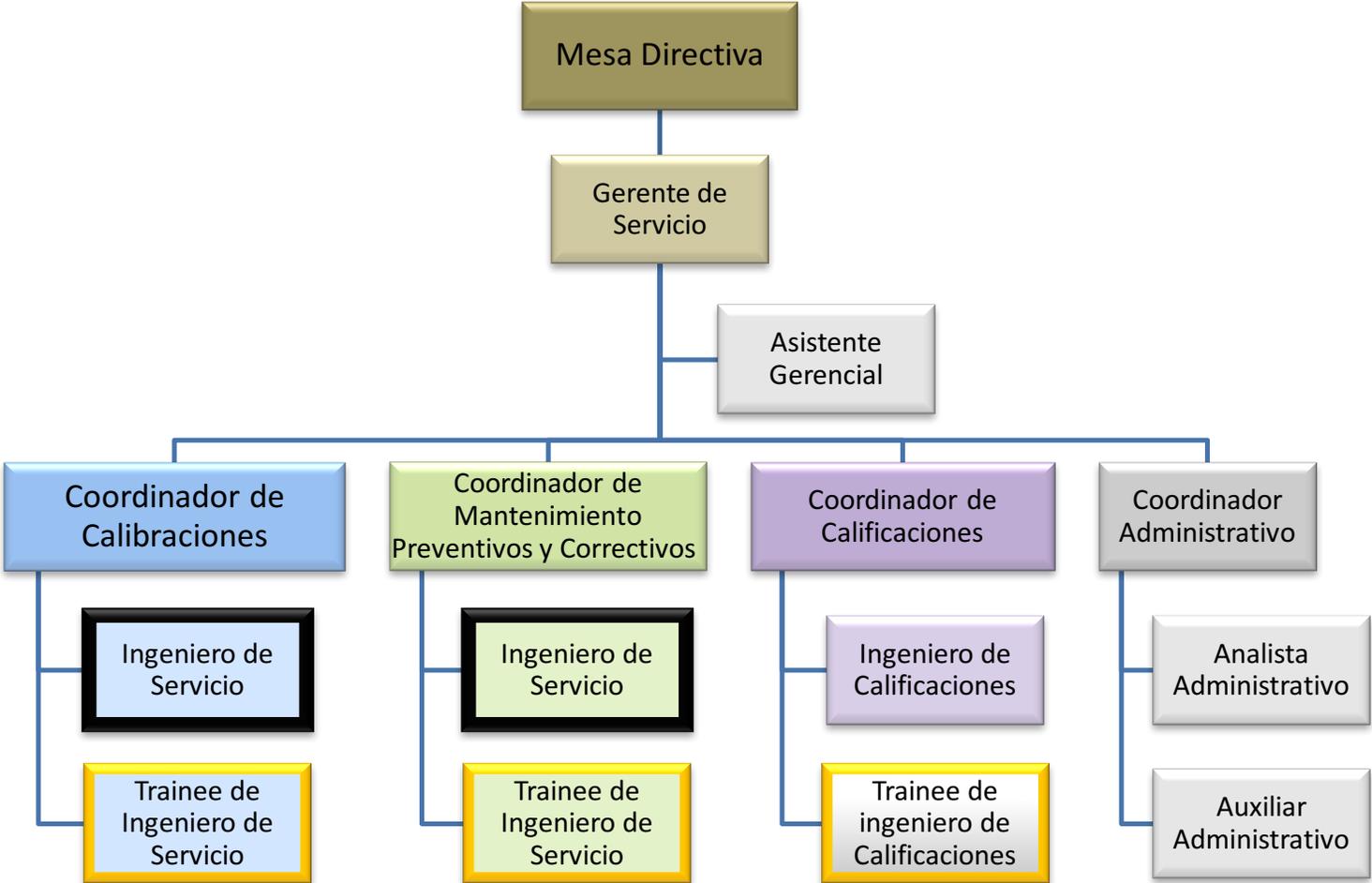
1.4.Valores

- Honestidad
- Eficiencia técnica
- Innovación
- Austeridad
- Compromiso
- Responsabilidad
- Respeto

1.5.Competencias

- Acciones de eficacia y calidad
- Liderazgo
- Creatividad e innovación
- Capacidad de aprendizaje y cambio
- Trabajo en equipo
- Responsabilidad individual y compromiso en la generación de valor
- Enfoque a los procesos y a la tecnología

1.6.Organigrama



— Puesto Actual — Puesto Inicial

1.7.Descripción del Puesto

A continuación se mencionará de forma breve las principales responsabilidades de las posiciones ocupadas:

Ingeniero de Servicio/ Calificaciones

Hasta antes del 2016 el ingeniero de servicio realizaba tanto mantenimientos como calibraciones como calificaciones, desde enero del 2016 se reorganizó el organigrama y se separó el área de calificaciones. Ejecución de los mantenimientos, instalaciones, capacitaciones y asesoría sobre los equipos médico/farmacéuticos.

ÁREAS DE RESPONSABILIDAD		%
1.-	Mantenimiento preventivo, correctivo, calibraciones y/o calificaciones a equipo farmacéutico, previa planeación de los servicios realizada por su respectivo coordinador.	30
2.-	Ejecución de instalaciones y capacitaciones a equipo farmacéutico, previa planeación de los servicios realizada por su respectivo coordinador.	30
3.-	Llenado de las Órdenes de Servicios que validan los servicios realizados.	10
4.-	Recepción y entrega de equipos referentes a su área de especialidad.	10
5.-	Seguimiento del proceso de reparación de los equipos que sean reparados por el proveedor o bien directo con el fabricante, hasta que el mismo sea ingresado a este departamento de Ingeniería y Servicio.	20

Tabla 1. Áreas de responsabilidad del Ingeniero de Servicio/Calificaciones

Capítulo II

2. Descripción del puesto de trabajo

2.1. Perfil del puesto

Habilidades:

- Manejo de MS Office
- Analítico, detallista y ordenado
- Destreza manual para el seguimiento y cumplimiento de procedimientos para seguir y diseñar manuales de equipo tecnológico y mantenimiento de servicio
- Multifuncional: Actividades técnico operativas, administrativas y de ventas
- Experiencia en reparaciones de equipo

Experiencia o Educación:

- Estudiante de los últimos semestres de alguna ingeniería, instrumentación o similar
- Técnico profesional en área de instrumentación o electrónica
- Inglés 80%. Lectura de manuales, escritura de correo electrónico y conversación telefónica

Características:

- Organizado
- Ordenado
- Puntual
- Buena presentación
- Capaz de resolver problemas

2.2. Objetivo del puesto

Realizar con los servicios de mantenimiento, calificaciones y calibraciones requeridos por los clientes en tiempo y forma optimizando los recursos de la empresa. Eventualmente realizar otros servicios requeridos por la empresa de forma rentable y armoniosa con los clientes, proveedores, empleados y socios.

2.3. Funciones

- Realizar las visitas de servicios, entrega de reportes, entrega de facturas, compra de insumos y ventas. Llenar diariamente el calendario y pizarrón de actividades.
- Organizar su tiempo y los recursos disponibles. Marcar en el pizarrón de actividades la disposición de los recursos.

- Solicitar la realización y la aprobación de cotizaciones. (En caso necesario generar la cotización).
- Realizar los reportes de los servicios realizados.
- Darle seguimiento puntual a cada servicio a través del archivo *Status*.
- Atender los servicios preventivos, correctivos, calibraciones que se le asignen.
- Programar las visitas de servicios de calibración y calificación.
- Preparar los protocolos para la realización de servicios.
- Coordinar con los clientes los protocolos y puntos de calibración y calificación de los equipos.
- Realizar las corridas de calificación y pruebas de calibración, documentarlas y emitir los reportes respectivos.
- Elaborar las carpetas de calificación.
- Realizar inventarios cíclicos, validación de desviaciones entre los sistemas de administración del inventario, atención a vales de muestra de mercancía e insumos. Generar reportes de inventarios de insumos en desabasto, de lento movimiento o con sobre-inventario que sirvan de apoyo para el área de compras en la toma de decisiones.

Capítulo III

3. Antecedentes

3.1. Definiciones

Calibración

Conjunto de operaciones que establecen, en condiciones especificadas, la relación entre los valores de las magnitudes indicadas por un instrumento de medición o un sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada o un material de referencia, y los valores correspondientes de la magnitud realizada por los patrones asociadas a sus incertidumbres.

NOTAS:

- El resultado de una calibración permite atribuir a las indicaciones los valores correspondientes del mensurando o bien determinar las correcciones a aplicar en las indicaciones.
- Una calibración puede también servir para determinar otras propiedades metrológicas tales como los efectos de las magnitudes de influencia.
- Los resultados de una calibración pueden consignarse en un documento denominado, a veces, certificado de calibración o informe de calibración.

Incertidumbre de medida

Parámetro asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mensurando.

NOTAS:

- El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación típica (o un múltiplo de ella) o el semi rango de un intervalo con un nivel de confianza dado.
- La incertidumbre de medida comprende, en general, varias componentes. Algunas de estas componentes pueden determinarse a partir de la distribución estadística de los resultados de series de mediciones y pueden caracterizarse por desviaciones típicas experimentales. Otras componentes, que también pueden ser caracterizadas mediante desviaciones típicas, se evalúan suponiendo determinadas distribuciones de probabilidad, basándose en la experiencia que se posee en otras informaciones.
- Se entiende que el resultado de una medición es la mejor estimación del valor del mensurando, y que todas las componentes de la incertidumbre, incluyendo aquellas procedentes de efectos sistemáticos, tales como las asociadas a correcciones y a patrones de referencia, contribuyen a la dispersión.

Esta definición es la de la “NMX-CH-21749-IMNC-2008”

Repetibilidad (de un instrumento de medida).

Aptitud de un instrumento de medida para dar indicaciones muy próximas durante la aplicación repetida del mismo mensurando en las mismas condiciones de medida.

NOTAS:

- Reducción al mínimo de las variaciones debidas al observador.
 - Mismo procedimiento de medida.
 - Mismo observador.
- Mismo equipo de medida, utilizándolo en las mismas condiciones.
- Mismo lugar.
 - Repetición durante un corto período de tiempo.

Si se desea profundizar en conceptos básicos de metrología ir al anexo 8.2 en la ultima sección de este documento.

3.2. Variables a Medir

TEMPERATURA

La definición de la unidad de temperatura dado por el Conferencia General de Pesos y Medidas (CGPM), el cual seleccionó el punto triple del agua como punto fijo fundamental, asignándole la temperatura de 273.16 K, definiendo así la unidad. La CGPM adoptó para ésta unidad de medida el nombre de Kelvin, símbolo K, en lugar de "grado Kelvin", símbolo K, y definió la unidad de temperatura termodinámica de la siguiente manera:

El kelvin, unidad de temperatura termodinámica, es la fracción 1/273.16 de la temperatura termodinámica del punto triple del agua, con símbolo T_{tpw} .

La unidad de temperatura Celsius es el grado Celsius, símbolo °C, que es por definición igual en magnitud al kelvin. Una diferencia o intervalo de temperatura puede ser expresada en grados Kelvin o en grados Celsius, el valor numérico de la diferencia de temperatura es la misma. Sin embargo, el valor numérico de una temperatura Celsius expresada en grados Celsius se relaciona con el valor numérico de la temperatura termodinámica expresada en grados Kelvin por la relación

$$T_{°C} = T_K - 273.16$$

El Kelvin y el grado Celsius son también unidades de la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS-90) adoptados por el Comité Internacional de Pesos y Medidas (CIPM) en 1989.

La medida de temperatura constituye una de las más comunes y más importantes que se efectúan en los procesos industriales.

Los instrumentos sensores de temperatura utilizan diversos métodos para dar una variable medible y entre los cuales figuran:

- Variaciones en volumen o en estado de los cuerpos (sólidos, líquidos y gases).
- Variación de resistencia de un conductor (sondas de resistencia).
- Variación de resistencia de un semiconductor (termistores).
- Fuerza electromotriz creada en la unión de dos metales distintos (termopares).
- Intensidad de radiación total emitida por el cuerpo (pirómetros de radiación).

HUMEDAD

La cantidad de vapor en el aire es lo que comúnmente se le denomina humedad. La humedad es muchas veces un fenómeno indeseable en procesos industriales, higiene o simplemente por que implica un deterioro en materiales como el hierro. Para el caso de la industria farmacéutica la humedad se requiere de mantener al mínimo durante la manufactura, sin embargo durante el desarrollo de un producto es conveniente someterlo a condiciones elevadas de humedad para asegurar que después de tiempo de almacenamiento, condiciones no idóneas durante el transporte y comercialización se encuentre en buen estado. El vapor de agua es considerado como un gas ideal, excepto cuando está próximo a la saturación.

Existen varias formas de expresar la humedad:

- La presión de vapor, se mide como parte de la presión total representada por el vapor de agua.
- La humedad Absoluta, se mide como la masa de vapor de agua existente en un volumen de aire.
- La humedad relativa, es la relación de la presión del vapor y la presión de saturación del vapor de agua a una temperatura dada, esta es la que mas se utiliza en laboratorios, procesos de control de calidad, producción y almacenamiento de medicamentos.
- La relación de mezcla, es la relación de la masa de vapor y la masa de gas seco, está se expresa en gramos por kilogramo.
- La fracción en moles, la cual expresa la relación entre moles de una sustancia con el número de moles presentes.

Es poco común encontrar materiales inertes ante el agua, por lo tanto pueden usarse múltiples técnicas para medir la humedad, por ejemplo, el agua modifica el tamaño de los materiales orgánicos, la conductividad de materiales higroscópicos, el peso de materiales higroscópicos, la

impedancia de los materiales, etc. El agua absorbe la radiación ultravioleta e infrarroja, cambia el color de algunas sustancias, la velocidad del sonido, la conductividad térmica. Lo más fundamental para medir la humedad es remover la humedad de un volumen de aire y medir el cambio de masa o de presión.

Al utilizar un sensor de humedad nos enfrentamos con dificultades importantes al realizar una medición, primero no podemos aislar el sensor de su ambiente, por lo tanto existe un peligro de condensación y daño al sensor, por otro lado no podemos esperar demasiada exactitud de un sensor de humedad, para humedad relativa no podemos esperar errores menores al 2%, para la gran mayoría de técnicas de medición. Al sensor de humedad se le conoce comúnmente como higrómetro.

Los higrómetros más comúnmente usados son los electrónicos, los cuales funcionan en base a la medición de impedancia, resistencia o capacitancia registrada por un par de electrodos que atrapan una lámina de algún polímero, el polímero puede ser diferente dependiendo de la aplicación.

Las permitividades del aire, algunos gases y muchos sólidos están en función de la humedad y la temperatura. Los dispositivos que miden humedad mediante la capacitancia entre dos placas, registran los cambios en la permitividad del dieléctrico que los separa. Las ventajas de estos sensores de humedad es su amplio rango de trabajo, sus bajos requerimientos de mantenimiento y que pueden tolerar alta humedad por largos periodos, mientras que para otras tecnologías esta sería una condición que llevaría al rápido deterioro.

Los sensores capacitivos más comunes son los de aluminio, que están conformados por aluminio de alta pureza, óxido de aluminio que sirve de dieléctrico y un electrodo de oro; los sensores capacitivos de tantalio están conformados por placas de tantalio sobre un sustrato de vidrio y el dieléctrico es un polímero con una capa de cromo fragmentado para el libre flujo del aire; los sensores de silicio suelen tener las mismas placas de un sensor de aluminio, sin embargo contienen dieléctricos a base de silicio y son sensores aptos para la miniaturización; los sensores capacitivos de polímeros contienen dieléctricos de polímero lo que le da la ventaja de no deteriorarse ante la presencia de gases corrosivos.

Otros métodos de medición incluyen el recubrimiento de un cristal de cuarzo con algún material higroscópico, con esto cambia la frecuencia de resonancia del cristal, entonces al cristal se le somete a un ambiente húmedo y uno seco, para comparar el cambio en frecuencias. Por otro lado existen sensores que generan luz infrarroja que atraviesa el aire húmedo, en donde las moléculas de agua absorben parte de la radiación y en el otro extremo se mide la cantidad de radiación transmitida.

PRESIÓN

La presión es definida como la fuerza perpendicular por unidad de área ejercida por un fluido (líquido o gas) sobre cualquier superficie. La superficie puede ser o bien un límite sólido en contacto con el fluido, o para fines de análisis, un plano imaginario que pasa por el fluido. Solamente la componente de la fuerza normal o perpendicular de la superficie tiene que ser considerada para la determinación de la presión. Las fuerzas tangenciales que dan lugar a un movimiento de cizallamiento (deformaciones laterales por presión) y los movimientos de fluidos no serán relevantes para la determinación de las presiones.

En los límites en que el área de la superficie se acerca a cero, la relación del diferencial de la fuerza perpendicular y el diferencial de área representa la presión en ese punto de la superficie. Además, si no existe corte en el fluido, la presión en cualquier punto puede ser representada independientemente de la orientación de la superficie imaginaria bajo consideración. Finalmente, debe tenerse en cuenta que la presión no se define como una cantidad vectorial, y por lo tanto es no direccional.

Los tipos de presión usualmente empleados son:

- Presión Absoluta: Es la misma que la presión en el párrafo anterior. Representa la diferencia de presión entre un punto de medición y el vacío perfecto donde la presión es cero.
- Presión Atmosférica: La presión atmosférica en un punto coincide numéricamente con el peso de una columna estática de aire de sección recta unitaria que se extiende desde ese punto hasta el límite superior de la atmósfera. Como la densidad del aire disminuye conforme aumenta la altura, no se puede calcular ese peso a menos que seamos capaces de expresar la variación de la densidad del aire ρ en función de la altitud h o de la presión p . Por ello, no resulta fácil hacer un cálculo exacto de la presión atmosférica sobre un lugar de la superficie terrestre ya que tanto la temperatura como la presión del aire están variando continuamente. La presión atmosférica en un lugar determinado experimenta variaciones asociadas con los cambios meteorológicos.
- Presión Relativa: Es la diferencia de presión entre un punto de medición y el ambiente. En realidad, la presión del ambiente (atmósfera) puede variar, pero sólo la diferencia de presión es de interés en las mediciones de presión relativa. En determinadas aplicaciones la presión se mide no como la presión absoluta sino como la presión por encima de la presión atmosférica, denominándose **presión relativa**, **presión normal**, **presión de gauge** o **presión manométrica**.

- Presión Diferencial: Es la diferencia de presión entre dos puntos, uno que es elegido como presión de referencia. En realidad, las dos presiones pueden variar, pero sólo la diferencia de presiones es de importancia relevante.

MASA/PESO

Masa y peso son dos términos comúnmente usados indistintamente, sin embargo existe diferencia entre ellos. La masa corresponde a la medida cuantitativa de inercia de un cuerpo en reposo, es el producto de la densidad por el volumen. Por otro lado el peso corresponde a la fuerza con la que un cuerpo es llevado a la superficie de la tierra por efecto de la gravedad.

La masa está dada por la fórmula

$$M = V \times \rho$$

En donde

M es la masa

V es volumen y

ρ es la densidad

El peso está dado por la fórmula

$$W = M \times G$$

En donde

W es el peso

M es la masa y

G es la gravedad.

En el SI, la unidad de la masa es el kilogramo y la unidad de fuerza es el newton.

El peso es una de las medidas más antiguas realizadas por el hombre, la balanza de brazos de igual longitud fue probablemente el primer instrumento en usarse para tal fin. La balanza de brazos fue posteriormente modificada a solo tener un brazo, en donde uno de los brazos fue sustituido por una serie de pesos calibrados que pueden ser retirados para modificar los alcances de la medición. Otro tipo de instrumento para realizar mediciones de peso es mediante un resorte del cual suspenderemos nuestro mesurando, asumiendo que el resorte tiene una elasticidad lineal podemos leer con ayuda de una escala con que fuerza el objeto es atraído hacia la tierra.

Para mediciones de peso con mayores niveles de exactitud se utilizan hoy en día balanzas electrónicas, cuyo funcionamiento es de alguna manera similar al funcionamiento de las balanzas

de dos brazos ya que ambos tipos de balanzas buscan llevar al sistema a un punto de equilibrio o de referencia, para el caso de la balanza mecánica, una aguja tiene que llegar al cero, que idealmente equivale a poner los brazos de la balanza paralelos al plano horizontal. Mientras que para una balanza electrónica el peso del objeto a medir se contrarresta mediante una fuerza generada por magnetismo.

En una balanza electrónica el peso del objeto a medir está sostenido por una bobina inmersa en un campo magnético, ambos campos magnéticos orientados en la misma dirección, entonces la bobina se desplaza conforme al peso del objeto a medir. Para contrarrestar el peso del objeto, se hace circular por la bobina una corriente y con la ayuda de un sensor óptico se lleva al sistema a un punto de referencia, a partir del cual se registra la corriente necesaria para mantener al sistema en ese punto de referencia, esa corriente es proporcional al campo magnético generado y al peso del objeto a medir.

Al sistema de bobina que incluyen las balanzas analíticas actuales se les suele llamar celdas de carga, existen modelos de balanzas que cuentan con más de una celda de carga, estas pueden trabajar en conjunto o en forma separada para lograr medir diferentes magnitudes.

Muchas balanzas analíticas de la actualidad manejan resoluciones de fracción de miligramo y manejan rangos que no exceden los 500 gramos lo que las hace muy sensibles a daños por manipulación, transporte e incluso por los objetos que se le colocan.

pH

La medición de pH es probablemente la medición más común en laboratorios químicos y la importancia de la misma es crucial para lograr las reacciones químicas deseadas. Hoy en día se fabrican incluso sensores de pH en forma de circuitos integrados pHFET's. A continuación hablaré de la definición de pH y las técnicas de medición del mismo.

El pH es la cuantificación que se utiliza para especificar qué tan ácida o básica es una solución acuosa. La definición rigurosa del pH viene dada por el logaritmo negativo de la actividad del ion hidrógeno en una solución,

$$pH = -\log \gamma[H^+]$$

En donde

y es el coeficiente de actividad.

En la práctica la determinación del pH no se realiza mediante la determinación de la actividad iónica, sino se relaciona con una o más sustancias de pH conocido. A continuación se mencionan algunos ejemplos de sustancias comunes con su correspondiente pH.

Sustancia	pH
Bebidas suaves	2.0 - 4.0
Jugo de Limón	2.3
Vinagre	2.4 - 3.4
Vino	2.8 - 3.8
Cerveza	4.0 - 5.0
Leche de vaca	6.3 - 6.6
Agua pura	7.0
Sangre	7.3 - 7.5
Agua de Mar	8.3

Tabla 2. pH de sustancias comunes.

De las sustancias anteriores el agua es la neutral con una concentración molar de iones hidronio de 10^{-7} y una concentración molar de iones OH igual, bajo condiciones ideales.

Métodos electroquímicos de medición de pH

La medición electroquímica del pH implica dispositivos que transducen la actividad química del ion hidrógeno en una señal electrónica, ya sea como una diferencia de potencial o un cambio en la conductividad. Algunas de las tecnologías empleadas son el electrodo de membrana de vidrio, los FET's de pH y los electrodos de metal/óxido metálico. En la mayoría de las aplicaciones el electrodo de membrana de vidrio es el más popular, tal es el caso de los potenciómetros de pH utilizados dentro de la industria química/farmacéutica.

Electrodo indicador de membrana de vidrio

Este tipo de electrodo sensa la diferencia de potencial existente entre el electrodo de membrana de vidrio y un electrodo de referencia, ambos inmersos en la muestra acuosa. Estos dos electrodos pueden estar separados o combinados en un solo electrodo, el más común es el electrodo combinado, como se muestra en la figura 1.

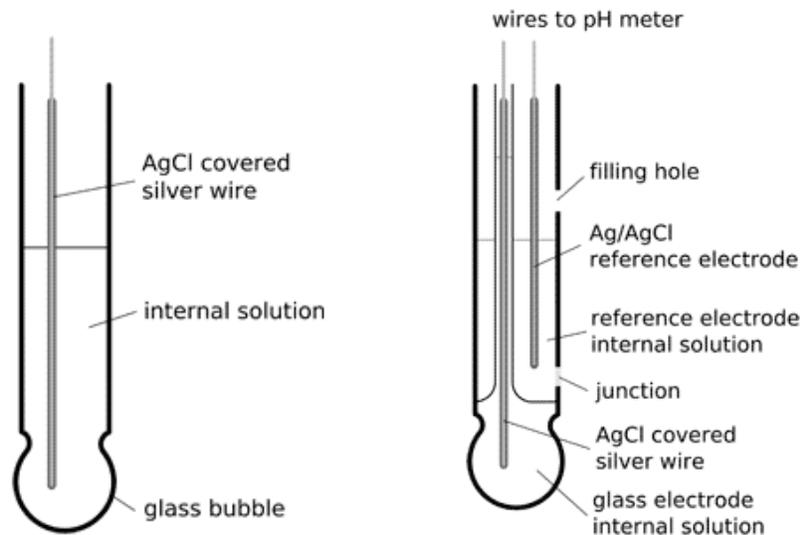


Figura 1. Construcción de un electrodo de membrana de vidrio y un electrodo combinado.

El funcionamiento de uno de estos electrodos consiste en que la membrana de vidrio genera un potencial dependiente del pH, esto como resultado del intercambio iónico entre los iones de hidrógeno presentes en la solución a estudiar y los iones en la membrana de vidrio. La sensibilidad del electrodo respecto a los cambios de pH es muy pequeña, por lo tanto es forzoso el diseño de un electrodo de referencia especial y un medidor con alta impedancia de entrada para poder realizar una medición precisa.

Un electrodo de membrana de vidrio tiene una punta con el espesor del vidrio de aproximadamente 0.1 mm, esta parte funciona como el transductor de pH. Un lado de la membrana está en contacto con la muestra mientras que el otro lado está en contacto con un electrolito de determinada composición y pH, se usan diferentes soluciones dependiendo del fabricante. Inmersa en la solución del electrodo se encuentra una terminal que suele ser de cloruro de plata, la cual se encarga de mantener una conexión estable entre el circuito medidor de potencial y el electrolito del electrodo.

La construcción del electrodo de referencia es muy similar al electrodo indicador. La gran mayoría de los potenciómetros de pH comercializados hoy en día utilizan microprocesadores que pueden almacenar calibraciones, realizar diagnósticos e implementar compensación de temperatura.

CONDUCTIVIDAD.

La resistividad es una propiedad básica de todos los materiales y es comúnmente necesario realizar mediciones de la resistividad de dichos materiales, así como de su conductividad. La resistividad y la conductividad de diferentes materiales a la misma temperatura puede variar por hasta 20 órdenes de magnitud, sin embargo no existe un instrumento que nos ayude a medir tal espectro de magnitudes, para tal fin se requiere de varios instrumentos y técnicas.

La conductividad es el inverso de la resistencia, dada por la fórmula

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

En donde

σ es la conductividad y ρ es la resistividad

Mientras la resistividad es la oposición al paso de corriente, la conductividad es la facilidad al paso de corriente, ambas independientes de la forma o tamaño del material, las unidades en el SI para la conductividad son los siemens sobre metro (S/m).

La conductividad de un material puede variar de manera significativa en relación a la temperatura, por ejemplo para los metales la conductividad disminuirá conforme aumente la temperatura, sin embargo para semiconductores la conductividad aumentará conforme aumente la temperatura.

Las mediciones de conductividad pueden hacerse con método de 2 o 4 puntos, es decir, conectando solamente dos terminales a la muestra o 4 terminales a la muestra. Suponiendo que la muestra es de forma rectangular se realizan mediciones de longitud, ancho y alto.

Para las mediciones con el método de dos puntos, se conectan a los extremos de la muestra los cables que irán a una fuente de voltaje y un amperímetro. Con la configuración anterior y la ley de ohm puedo calcular la resistencia de la muestra y mediante la fórmula

$$\sigma \equiv \frac{lR}{wh}$$

En donde

l , w y h son la longitud, el ancho y la altura de la muestra respectivamente

R es la resistencia de la muestra.

Para medir la conductividad mediante el método de los dos puntos suelen existir cuestiones que nos pueden llevar a una medición errónea, tales como la resistencia entre los electrodos de contacto y la muestra, el cambio de resistencia al ser sometida la muestra a una corriente en flujo por la misma para el caso de semiconductores y en semiconductores también se suelen presentar diversos fenómenos al estar en contacto un semiconductor con un metal, es decir la muestra con el electrodo.

El método de cuatro puntos suele solucionar algunos de los problemas anteriormente mencionados. El método de los 4 puntos consiste en conectar a la barra muestra una fuente de corriente y un amperímetro en serie y un voltímetro en paralelo.

Y mediante la fórmula siguiente

$$\sigma = \frac{Il}{Vwh}$$

En donde

l es la longitud entre los electrodos del voltímetro sobre la muestra. La longitud total de la barra no es utilizada.

Flujo

La medición de flujo es una de las mediciones más comunes en la vida diaria, dado que siempre es deseado saber el ritmo al cual entran o salen variables de un sistema. Existen muchas formas de cuantificar un flujo asociadas con ciertas aplicaciones. Para el caso de la industria química/farmacéutica se mide la velocidad del viento solamente en campanas de extracción, bioseguridad y flujo laminar.

Los medidores de velocidad del viento, también llamados anemómetros son dispositivos que nos ayudan a medir la velocidad del viento, aunque suelen medir el flujo volumétrico. El resultado más común en el que un anemómetro expresa sus resultados es en m/s. Los anemómetros mas comunes son los de tubo de Pitott, de molinete, de laser Doppler y de aspas.

Los anemómetros más adecuados para las aplicaciones metrológicas de nuestro interés son los anemómetros de hilo y los de aspas, debido a que funcionan a velocidades apropiadas para monitorear el desempeño de campanas, es decir bajas velocidades, normalmente menores a 1 m/s.

Los anemómetros de hilo funcionan mediante un filamento de micrómetros de diámetro, el cual es eléctricamente calentado, con el viento ese se enfría y su resistencia cambia, fenómeno que permite calcular la velocidad del viento. Existen los de voltaje constante, corriente constante y temperatura constante.

Si se desea profundizar en conceptos sobre unidades de medición ir al anexo 8.1 en la ultima sección de este documento.

3.3. Equipos de Laboratorio

Hornos y Muflas

Los hornos y las muflas son equipos eléctricos/electrónicos que en los laboratorios químico farmacéuticos se utilizan principalmente para el secado de materiales. Lo anterior se debe a que los hornos son equipos que suelen poder lograr temperaturas de hasta 200 o 300 °C, mientras que las muflas son equipos que pueden alcanzar temperaturas de 1000 °C o superiores.

Principio básico de funcionamiento

Los hornos y las muflas tienen el mismo principio de funcionamiento, el cual consiste en aplicarle calor a una cámara mediante resistencias de calentamiento, estas cámaras suelen estar recubiertas por un aislante. Una vez lograda una temperatura próxima al punto de consigna se logra la estabilidad en temperatura con algún tipo de control, puede ser digital o analógico. Los hornos y las muflas son equipos diseñados para permanecer en operación unas pocas horas seguidas. La mayoría de los hornos y las muflas no cuentan con sistemas de enfriamiento, estos se enfrían por convección natural.

Diagrama a bloques

Los hornos y muflas suelen estar formados por los siguientes dispositivos (ver figura 2):

-Cámara, es el espacio útil en donde se colocan las muestras. Para hornos suele ser de acero inoxidable y para muflas suele ser algún material refractario; los materiales refractarios usados para las muflas suelen ser muy delicados y quebradizos. Normalmente como aislante térmico en los hornos se utiliza una colcha de fibra de vidrio para recubrir la cámara de acero inoxidable; los materiales refractarios de las muflas suelen ser materiales tóxicos, por lo anterior es necesario tomar las medidas correspondientes como utilizar guantes y/o cubrir bocas.

-Controlador, es el elemento que se utiliza para llevar a las condiciones del equipo (temperatura) a un punto de consigna y mantenerlo en condiciones próximas. El elemento controlador puede ser digital o analógico, en caso de ser digital puede operar con un microcontrolador o con un circuito electrónico más sencillo con amplificadores operacionales; en caso de ser analógico puede ser un termostato de gas o hasta un termostato bimetálico.

-Sensor, es el dispositivo que proporciona la temperatura actual del equipo de las condiciones actuales de la cámara para proveer el control adecuado. Como sensor se suelen utilizar termopares tipo J, K o T y RTD's en equipos más precisos. Cuando se utilizan controladores analógicos como termostatos de gas el mismo gas es el elemento sensor.

-Elementos amplificadores o de potencia, son los que se utiliza para amplificar la señal de control y alimentar adecuadamente a las resistencias de calentamiento.

-Resistencias de calentamiento, un mismo equipo puede contener una sola o varias resistencias en arreglos normalmente en serie. Las resistencias pueden ir colocadas en la base de la cámara, en los costados y/o en las puertas. Las resistencias utilizadas pueden ser de tipo resorte, blindadas o de tubos radiantes.

Los hornos y muflas en general no cuentan con sistemas para la circulación del aire dentro de la cámara, sin embargo algunos de esos equipos tienen ventiladores para disipar la temperatura de las conexiones y circuitos.

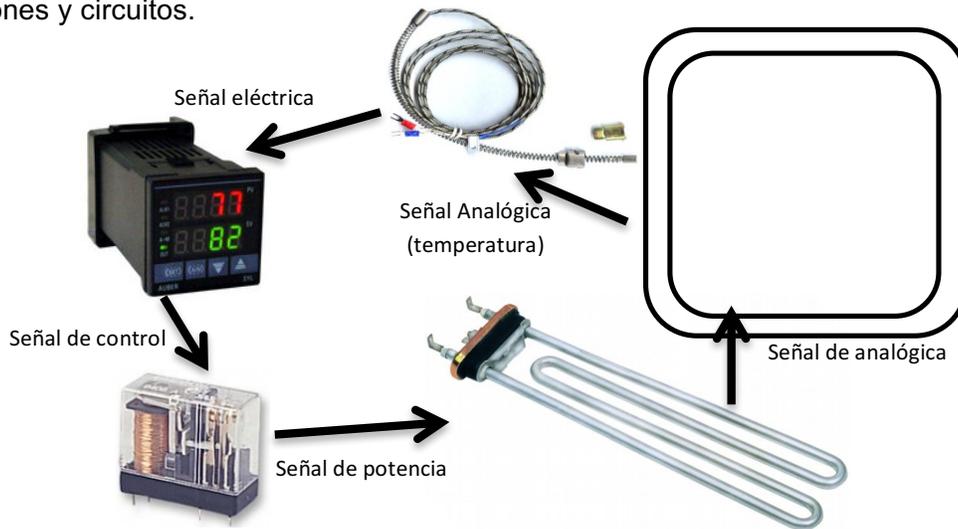


Figura 2. Diagrama de bloques de hornos y muflas

En esencia la diferencia entre hornos y muflas radica en la potencia que sus elementos eléctricos pueden manejar y las temperaturas que los materiales de construcción pueden tolerar.

Si se desea profundizar en conceptos sobre diagramas de bloques, acondicionamiento de señales y algoritmos de control ir al los anexos 8.3, 8.4 y 8.5 en la ultima sección de este documento.

Aplicaciones

Los hornos son equipos de laboratorio que se utilizan para secar materiales, normalmente elevando su temperatura sobre los 100 °C. Existen también hornos de secado con vacío, los cuales aprovechan la ventaja del cambio de la temperatura de evaporación del agua a bajas presiones. Los hornos de vacío se utilizan para secar materiales que tienen temperaturas de ignición bajas o que contienen sustancias flamables.

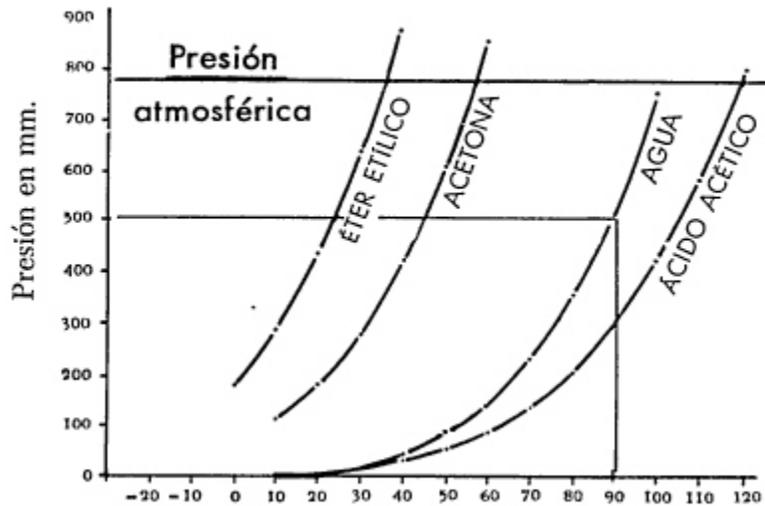


Figura 3. Grafica de temperatura de ebullición de algunas sustancias

En la figura 3 se aprecia la relación que existe entre la temperatura de ebullición de algunas sustancias contra la presión a la que son sometidas. Bajo este principio las estufas u hornos de vacío tienen su utilidad.

Algunos fabricantes de hornos que trabajan comúnmente son Binder, MMM, Felisa, Fisher Scientific, Thermo Scientific, Lab Line, entre otras. Los más comunes son Binder y MMM; para Binder los modelos de Hornos son ED y FD. Es importante diferenciarlos con los modelos BD también de Binder que en apariencia son iguales, sin embargo los modelos BD son incubadoras, las cuales pueden trabajar a máximo 100 °C, Binder también produce hornos de vacío con modelos VD; de la marca MMM, tenemos los hornos, Ecocell, Durocell, Venticell y la versión con vacío Vacucell .

El término Horno despirogenizador normalmente se utiliza para equipos que realizan un proceso mediante el cual se eliminan pirógenos, los cuales son agentes causantes de fiebre, dichos hornos son capaces de elevar la temperatura sobre los 250 o 300 °C.

Las muflas por otra parte son equipos de laboratorio que suelen usarse para calcinar compuestos y analizar su contenido en cenizas o para realizar reacciones que se dan fácilmente a altas temperaturas.

Las pruebas realizadas en hornos normalmente no exceden las 10 o 12 horas, y las pruebas en muflas normalmente no exceden las 5 horas.

Incubadoras

Principios básicos de funcionamiento

Las incubadoras son en construcción muy similares a los hornos, sin embargo trabajan normalmente a temperaturas inferiores a los 120 °C y cuentan con sistemas de control más precisos que los hornos. Por ejemplo los hornos ED y FD de Binder pueden ser utilizados como

incubadoras, sin embargo se les debe realizar un ajuste para controlar la temperatura adecuadamente.

Las incubadoras pueden operar con o sin sistema de refrigeración sin embargo los equipos mas precisos para controlar la temperatura son los que cuentan con sistema de refrigeración. Los sistemas de refrigeración utilizados en equipos de laboratorio son a base de un compresor, como se ha mencionado en capítulos anteriores estos sistemas funcionan mediante las propiedades termodinámicas de los gases para trasladar energía térmica de un lugar a otro, dichos sistemas funcionan mediante la expansión y la compresión de un gas refrigerante, el cual extrae el calor del interior de la cámara y lo disipa al exterior con ayuda de un radiador.

También es muy común que cuenten con ventiladores para la recirculación del aire dentro de la cámara y exista la condición de homogeneidad térmica. Sin embargo para las que no cuentan con ventiladores u otro tipo de recirculación existe la convección natural que se describe en la figura 4.

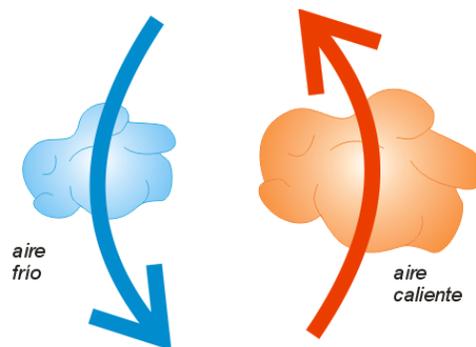


Figura 4. Comportamiento convección natural.

La convección se da por la diferencia de densidades que existe entre el aire caliente y el aire frío. Idealmente después de que el equipo logre estabilizar la temperatura dentro de la cámara, está deberá ser homogénea en todo el espacio útil de la misma.

Las incubadoras se suelen utilizar como su nombre lo dice, microorganismos u otras sustancias orgánicas.

Bloques y elementos con los que cuenta.

Las incubadoras cuentan en esencia de lo mismo que un horno, el sensor, el controlador, la cámara, el aislamiento, la etapa de amplificación o de potencia y las resistencias de calentamiento, sin embargo existen algunas diferencias.

Debido a que se requiere que el equipo mantenga condiciones adecuadas para la conservación o reproducción de microorganismos se requieren de más cuidados, por lo tanto las incubadoras suelen incluir alarmas en caso de que la temperatura exceda ciertos límites, o directamente entre

en algún modo de protección, aparte de que los sensores suelen ser más precisos o incluso el equipo puede tener más de uno. Los elementos que cambian con respecto a los hornos son:

-Sensores, tienen RTD's, termopares, termistores o circuitos integrados.

-El control que tienen las incubadoras suele ser de mejor calidad que el que tienen los hornos. Sin embargo es común encontrar que algunos clientes tienen incubadoras cuyo control opera con termostato de gas o bimetálico.

-Alarmas, pueden integrarse junto con termostatos de seguridad o junto con controles digitales. Si el equipo es analógico normalmente solo tiene alarmas luminosas, pero si es digital puede también tener alarmas sonoras.

-Termostatos de seguridad, en la mayoría de los equipos son termostatos de gas, los cuales son dispositivos poco precisos pero altamente fiables. Algunos equipos cuentan con termostato funcionando para delimitar la temperatura máxima y otro termostato para delimitar la temperatura mínima.

-Material aislante, algunas incubadoras prescinden de aislantes, sin embargo cuando cuentan con el este suele ser una colcha de fibra de vidrio o algún polímero en espuma.

-Sistema de enfriamiento, algunas incubadoras utilizan para tener un control más preciso un sistema de refrigeración, o bien para operar el equipo por debajo de la temperatura ambiente. Debido a que los compresores no pueden someterse a constantes activaciones y desactivaciones, estos se mantienen encendidos y la parte de control actúa sobre electroválvulas que llevan el gas refrigerante a las paredes de la cámara.

El diagrama a bloques de una incubadora es en como el de los hornos, salvo las siguientes diferencias como se muestra en la figura 5.

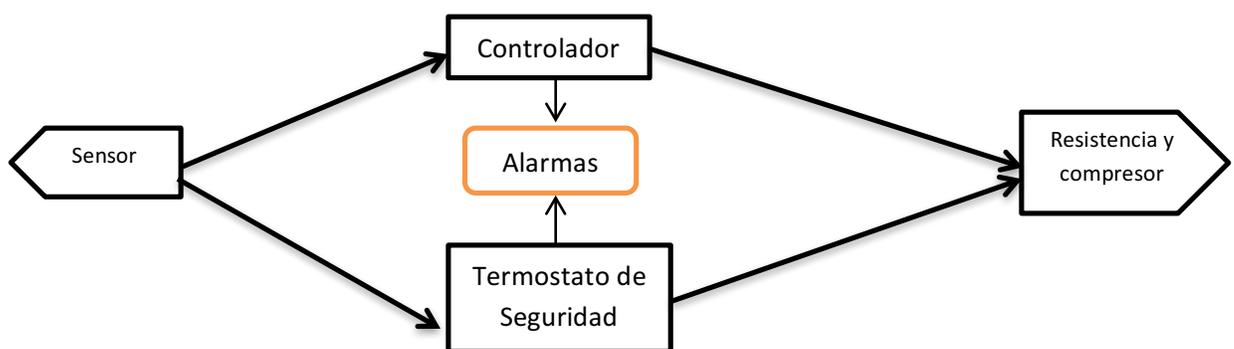


Figura 5. Diagrama de bloques incubadoras.

Si se desea profundizar en conceptos sobre diagramas de bloques, acondicionamiento de señales y algoritmos de control ir al los anexos 8.3, 8.4 y 8.5 en la ultima sección de este documento.

Aplicaciones

Las incubadoras son equipos que normalmente se usan para crecer o mantener cultivos de organismos microscópicos, por lo tanto se utilizan a temperaturas próximas a la temperatura ambiente. Una función agregada que puede tener una incubadora es la luz interior de la cámara, que puede ser luz blanca y/o ultravioleta, generada por lámparas fluorescentes.

Algunos de los equipos que trabajo son de los fabricantes *Binder*, *MMM*, *Thermolyne*, *Felisa*, *Presicion* e *Imperial*.

Las incubadoras suelen utilizarse por largos periodos de tiempo ininterrumpidamente.

Cámaras Climáticas

Las cámaras climáticas son en esencia iguales a las incubadoras y tienen las mismas aplicaciones, solo que se añade el control de la humedad relativa dentro de la misma. Las cámaras climáticas requieren de un mejor sello para evitar la fuga de humedad.

Principios básicos de funcionamiento

Las cámaras climáticas tienen las funciones de las incubadoras más la generación de vapor de agua, esto se logra calentando agua hasta su ebullición, la mayoría de las veces mediante una resistencia de calentamiento. Otro sistema para la generación de vapor se encuentra en los modelos antiguos de cámaras Binder, que usan electrodos de gran superficie para hacer que la corriente eléctrica fluya a través del agua y así la caliente, el inconveniente de este sistema es el deterioro de los electrodos y la conductividad del agua tiene que estar dentro de ciertos límites, si el agua presenta una conductividad muy alta el equipo consume mucha corriente y calienta el agua muy lentamente, pero si presenta conductividad muy baja no pasará suficiente corriente para calentar el agua. La mayoría de las cámaras climáticas controlan la cantidad de humedad o de vapor de agua dentro de ellas mediante la producción de vapor y la condensación del mismo. La condensación se realiza mediante el sistema de refrigeración, específicamente en estructuras colocadas en las paredes interiores de las cámaras comúnmente llamadas platos de condensación por los cuales fluye el gas refrigerante. Al igual que ocurre en un refrigerador casero, en los platos de condensación hay formación de hielo que mediante diversos diseños es controlado. El agua proveniente de los platos de condensación y en otras superficies del interior de la cámara debe de manejarse de alguna manera, algunos diseños de cámaras climáticas regresan esa agua al generador de vapor, otros la llevan al drenaje. Todas las cámaras climáticas cuentan al fondo de

las mismas con bandejas del tamaño adecuado para captar todos estos escurrimientos y con mangueras o tuberías llevarlos al drenaje o al generador nuevamente. Es importante mencionar que debe haber siempre un buen sello entre esa bandeja y las conexiones adyacentes.

Bloques y elementos con los que cuenta

Las cámaras climáticas son esencialmente incubadoras capaces de controlar la humedad, por lo tanto tienen los mismos elementos en común, salvo los generadores de vapor. Los elementos característicos de las cámaras climáticas además de los presentes en las incubadoras normalmente son:

-Platos de condensación, presentes en algunas cámaras climáticas, estos son simples estructuras que dan mayor superficie en contacto con el aire del interior de la cámara, por estos platos circula el gas refrigerante.

-Generador de vapor, son recipientes en donde se calienta el agua normalmente con resistencias hasta hacer evaporar el agua.

-Drenaje, al existir prácticamente en cualquier cámara climática algo de condensación es necesario incluir un drenaje para liberar al equipo de esa agua acumulada, para ello se utilizan las bandejas de condensación al fondo de las cámaras y una serie de conductos para transportar esa agua ya sea fuera del equipo o nuevamente al generador de vapor.

-Sensor de humedad o higrómetro, para el control de la humedad es necesario un instrumento que nos proporcione el estado actual de la cantidad de vapor de agua dentro de la cámara, los sensores electrónicos de humedad comúnmente son dispositivos que tienen un material dieléctrico entre dos placas conductoras, dicho material cambia sus propiedades al impregnarse de vapor de agua y por ende existe un flujo electrónico correspondiente a un nivel de humedad en el dieléctrico.

-Controlador de humedad independiente, algunas veces las cámaras climáticas utilizan dos controladores independientes, uno para controlar la temperatura y otro para la humedad, siendo que ambos pueden estar actuando sobre el compresor y/o las válvulas que regulan el flujo de gas refrigerante.

-Dos termostatos de seguridad, algunas cámaras climáticas e incubadoras incluyen dos termostatos de seguridad, uno para un límite alto y otro para un límite bajo, para desactivar el calentamiento y para activar el calentamiento respectivamente.

El diagrama a bloques del funcionamiento de una cámara climática coincide bastante con el de una incubadora, salvo en el control de la humedad como se muestra en el la figura 6.

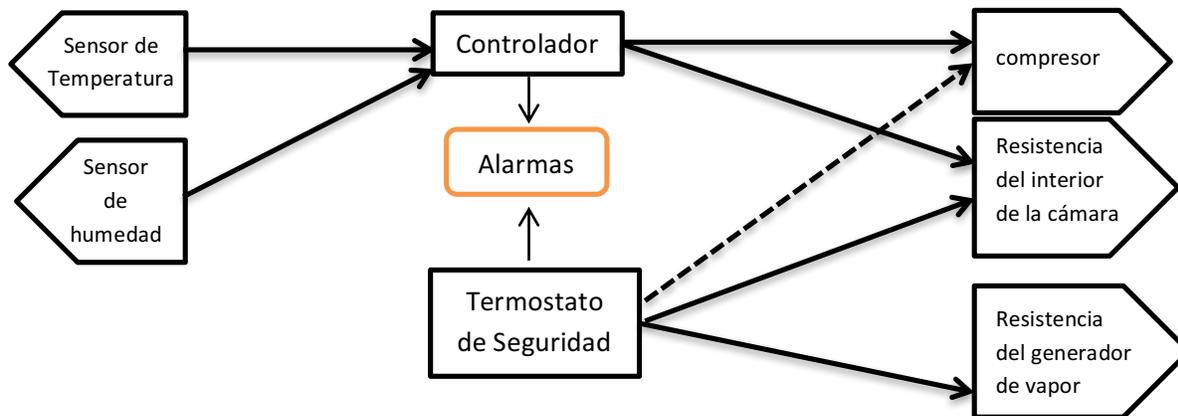


Figura 6. Diagrama de bloques de cámaras climáticas.

Si se desea profundizar en conceptos sobre diagramas de bloques, acondicionamiento de señales y algoritmos de control ir al los anexos 8.3, 8.4 y 8.5 en la última sección de este documento.

Aplicaciones

Las cámaras climáticas son equipos que se utilizan para pruebas de estabilidad en fármacos, tales pruebas pueden durar meses, otro tipo de pruebas para las que se utilizan las cámaras climáticas son las pruebas de condiciones extremas, en donde se somete un fármaco a humedades muy altas.

Los fabricantes de cámaras climáticas que más comúnmente manejan son Binder, MMM, Hot Pack y Electro-Tech Systems.

Baños de temperatura

Los baños de temperatura son equipos que tienen el fin de controlar la temperatura en un espacio normalmente no confinado, hay dos grandes ramas de los mismos, los líquidos y los secos. Tales equipos pueden tener muy diversos usos, los principales son para calibración de instrumentos de medición y para incubar sustancias o microorganismos.

Los baños líquidos son normalmente equipos que controlan la temperatura de un medio líquido, que puede ser agua, para mantener una condición de homogeneidad en el líquido estos suelen usar bombas de recirculación.

Los baños secos son equipos que controlan la temperatura en cavidades de forma cilíndrica, diseñadas para albergar recipientes de laboratorio o instrumentos de medición, tales cavidades son hechas de algún material con buenas propiedades de conducción térmica para mantener una temperatura similar en varias cavidades, el nombre que comúnmente se le da a tales cavidades es de termo pozos.

Los baños de temperatura pueden variar de calidad y de precisión, los más precisos cuentan con dispositivos de calentamiento y de refrigeración.

Principios básicos de funcionamiento

El rango de temperatura en el que trabajará el baño de temperatura determinará si el equipo utilizará resistencias de calentamiento, sistemas de refrigeración o ambos, por ejemplo si el equipo trabaja próximo a la temperatura ambiente requerirá de ambos sistemas para tener un control adecuado, por otro lado si el equipo trabaja con temperaturas mayores a los 100 °C no sería necesario el sistema de enfriamiento.

Los baños de temperatura funcionan principalmente gracias a las resistencias de calentamiento, como se ha visto anteriormente estas pueden ser de muchos tipos, materiales, formas y tamaños; estos elementos nos darán la posibilidad de aumentar la temperatura de nuestros baños y los instrumentos o productos introducidos en los mismos. Por otro lado los sistemas de refrigeración son de alguna manera auxiliares, debido a que sirven para hacer correcciones mínimas bajo condiciones de trabajo a temperatura ambiente o superiores y es poco común que un baño de temperatura trabaje por debajo de 0 °C. Los sistemas de enfriamiento más comunes son a base de compresor, sin embargo algunos baños, en especial los que tienen la limitante de espacio y portabilidad, cuentan con sistemas de enfriamiento con tecnología Peltier. El efecto Peltier funciona análogamente al efecto Seebeck por el cual funcionan los termopares, siendo que en el efecto Peltier se utilizan dos juntas por las que fluye una corriente eléctrica en donde una de las juntas se calienta mientras que la otra se enfría.

Las propiedades de conducción térmica del líquido o del material de los termo pozos es de gran importancia en las prestaciones que tendrá el baño de temperatura, por ejemplo siendo que un baño líquido que funcione por arriba de los 100 °C no podrá operar con agua a una atmósfera de presión debido a la temperatura de ebullición del agua. Por otro lado para tener un baño seco con buena homogeneidad de temperatura aparte de ciertas consideraciones de diseño espacial, se requerirá de un material con buena conductividad térmica como cobre, aluminio o alguna aleación con esas propiedades.

Bloques y elementos con los que cuenta

Los baños de temperatura en una representación a bloques vendrían siendo idénticos con un horno o incubadora, debido a que todos ellos son equipos que controlan la variable de la temperatura en un espacio determinado, la única diferencia es que los hornos e incubadoras controlan la temperatura del aire que contienen y en los baños controlan la temperatura del líquido o de los termo pozos.

A continuación se describen algunos de los elementos con los que cuentan los baños de temperatura aparte de los que tienen en común con los hornos e incubadoras:

- Bombas de recirculación, los baños líquidos cuentan con bombas de recirculación que sirven para mantener la condición de homogeneidad térmica, estos son motores eléctricos que simplemente agitan el líquido o lo toman de una parte de la tina y lo reingresan en otra.
- Flotadores o indicadores de nivel, los baños líquidos normalmente incluyen flotadores a manera de dispositivos de seguridad para evitar sobrecalentamiento si las resistencias no quedan inmersas en el líquido o hay un nivel muy bajo de líquido para lograr un control adecuado de la temperatura.

Estructuralmente es muy común que los baños líquidos estén formados por dos módulos, el módulo del control y el módulo de la tina (ahí mismo se suele alojar la parte de recirculación y enfriamiento).

Si se desea profundizar en conceptos sobre diagramas de bloques, acondicionamiento de señales y algoritmos de control ir a los anexos 8.3, 8.4 y 8.5 en la última sección de este documento.

Aplicaciones

Los baños de recirculación tanto líquidos como secos se pueden utilizar para fines de calibración si cuentan con los elementos de potencia y control adecuados. Sin embargo también pueden tener aplicaciones como incubación de muestras.

Algunas de las marcas que manejan baños de temperatura son *Julabo*, *Technee*, *Lab-Line*, *Taitec* y *Brookfield*, siendo *Julabo* la más común.

Nota: Es indispensable antes de proceder a la revisión de cualquier baño de temperatura líquido verificar con el usuario la sustancia que utilizan como medio líquido, esto para evitar contaminar los productos del usuario en caso de tener que usar un medio líquido diferente durante la revisión.

Autoclaves

Las autoclaves son equipos utilizados para esterilización de muestras, materiales y desechos mediante calentamiento y presiones elevadas de vapor de agua. Las autoclaves funcionan a una temperatura de 121.1 °C aunque pueden calentar unos 10 o 20 °C más y pueden subir la presión unos 200 KPa sobre la presión atmosférica. Hay muchos tipos de autoclaves con diferentes prestaciones dependiendo del área de empleo y las exigencias que se requieran por ejemplo existen las autoclaves más básicas de sobremesa que funcionan y en apariencia son exactamente

como una olla exprés, son conocidas como autoclaves de sobremesa, hasta las autoclaves automatizadas para esterilizar grandes cantidades de equipo.

Las autoclaves se utilizan para esterilizar material y muestras debido a que existen muchos materiales y sustancias que se quemarían en caso de someterse a las temperaturas de un horno despirogenizador o similares ya que la temperatura y presión que ejerce el vapor es un mejor agente para la esterilización que el aire caliente por lo que las autoclaves automáticas al principio de los ciclos de esterilización extraen el aire del interior de la cámara de esterilización aunque las autoclaves de verticales y de sobremesa realizan el mismo proceso solo que al mismo tiempo que la generación de vapor, ya que el vapor que se está generando va desplazando al aire.

Las autoclaves son equipos que realizan procesos de esterilización que pueden durar de 15 a 30 minutos, esto sin contar etapas previas como el sellado de la cámara, la extracción de aire, el enfriamiento, nivelación de presiones, etc. Con el fin de reducir tiempos en los ciclos las autoclaves automáticas terminan el proceso de esterilización en función de un parámetro llamado fo. Debido a que la temperatura dentro del autoclave no es constante, fo es una equivalencia al tiempo de esterilización en minutos que tendría el equipo si estuviera a 121.1 °C y 100 KPa sobre la presión atmosférica constantes, en otras palabras fo es un parámetro que nos indica el progreso de la esterilización ya que esta es más lenta a temperaturas menores y más rápida a temperaturas mayores sin embargo no expresa tiempo, por lo tanto fo tiene un valor al concluir la esterilización de 15, 20 o 30 minutos dependiendo del tiempo predeterminado por el usuario.

Principios básicos de funcionamiento

Las autoclaves funcionan principalmente gracias al vapor y a la generación o la inyección del mismo a la cámara. Recordando que estos equipos se tienen que sellar antes de ponerse en operación y que un gas si se le somete a presión incrementa su temperatura por lo tanto deben de controlarse ambas variables por protección al equipo y protección al material bajo esterilización.

Las autoclaves más sencillas como las verticales y las de sobremesa contienen en la misma cámara de esterilización el agua que se utilizará para calentar hasta convertirla en vapor por lo tanto este tipo de autoclaves deben de incluir un control de temperatura y una válvula de liberación de presión o un controlador de presión, aunque algunas solo tienen la válvula de presión ya que al estar liberando constantemente vapor de la autoclave se limita la temperatura a la que puede llegar. Ambos elementos de control suelen ubicarse en la tapa de la autoclave.

Las autoclaves automáticas por otro lado hacen el sello de su(s) puerta(s) también mediante la presión del vapor, extraen el aire de la cámara ya sea por el vapor mismo o con ayuda de una bomba de vacío, tienen un generador de vapor o suministro de vapor externo a la cámara de

esterilización con lo que se omiten elementos de calentamiento dentro de la cámara y también incluyen sistemas de drenaje para toda el agua que llega a condensarse. Las autoclaves automáticas tienen electroválvulas para realizar todos estos pasos de inyección de suministros, corte de suministros, nivelación y control de presiones, etc.

Bloques y elementos con que cuenta

Las autoclaves básicas del tipo vertical y de sobremesa tiene siempre contenedores metálicos con un sello que se realiza manualmente, cuentan con resistencias de calentamiento inmersas en agua y una o más válvulas de presión, además de que pueden contar con los siguientes elementos:

-Indicador externos de nivel del agua, los cuales simplemente sirven para monitorear el agua requerida durante el llenado del autoclave o para el monitoreo de la misma durante la esterilización.

-Manómetro, estos pueden ser análogos o digitales, análogos son los más comunes y de incluir un manómetro digital posiblemente este se encuentre incluido en el controlador.

-Sensor de temperatura, que puede ser del tipo RTD o termopar los cuales tendrán que funcionar en conjunto con un controlador electrónico o puede ser un termostato analógico de gas o que el termostato de gas funcione como dispositivo de seguridad. Es muy común que las autoclaves cuenten que varios sensores.

-Transductor de presión, hay muchas tecnologías de transductores de presión sin embargo todas funcionan en conjunto con controladores o indicadores electrónicos.

-Múltiples válvulas de presión, normalmente aparte de la que realiza el control existe una de seguridad que al igual que en una olla exprés se abre por completo.

Las autoclaves automáticas son equipos más complejos que aparte de sus elementos adicionales a las autoclaves básicas, requieren de suministros como agua fría, aire y en ocasiones vapor, a continuación se mencionan algunos de los elementos con los que cuentan normalmente:

-Generador de vapor, este es un generador de vapor como el de una cámara climática sin embargo este si funciona bajo presión por lo tanto es más robusto e incluye sensores de presión y de temperatura.

-Cámara de esterilización, puede ser un compartimento rectangular o cilíndrico.

-Chaqueta, es un compartimento que envuelve a la cámara de esterilización la cual se llena también de vapor y sirve para mantener alta la temperatura de las paredes de la cámara.

-Puerta(s), las autoclaves automáticas pueden localizarse entre dos áreas de un laboratorio con diferentes niveles de requerimientos de higiene e incluyen muchas veces dos puertas para la carga y la descarga de materiales, por una ingresará normalmente material contaminado y por la otra saldrá material esterilizado. Nota: es importante mencionar que para estos casos normalmente está contraindicada la apertura simultánea de ambas puertas para evitar la contaminación de un cuarto con el otro.

-Sello de las puertas, el sellado de las puertas se realiza mediante la inyección de vapor a presión en una canaleta lo cual empuja un empaque plástico sobre la puerta y el borde de la cámara de esterilización.

-Sensores de temperatura del interior de la cámara, normalmente se cuenta con más de un sensor de temperatura en el interior de la cámara, incluso hay un sensor denominado “flexible” el cual no está fijo al equipo de manera que puede colocarse dentro de alguna de las muestras para de esta manera realizar la esterilización tomando como referencia la temperatura de la misma sustancia o medio bajo esterilización.

-Sensores de presión, la presión se requiere monitorear dentro de la cámara de esterilización, la chaqueta y de ser el caso en el generador de vapor, para eso se utilizan transductores de presión que como se dijo anteriormente pueden ser de varias tecnologías.

-Bomba de vacío, el vacío es un tipo de esterilización por lo tanto puede utilizarse para crear un vacío dentro de la cámara de esterilización o para extraer aire o vapor de la misma, por otro lado esta función sirve para verificar el correcto sello de la autoclave.

-Electroválvulas, evidentemente todo el control de flujo de vapor a la chaqueta, a la cámara, a la salida del generador de vapor, la refrigeración de la cámara una vez terminado el ciclo, la ventilación de la cámara, la liberación de presión dentro de la chaqueta y la cámara, el llenado de las canaletas de las puertas, la entrada y salida de suministros entre otras funciones son realizadas mediante electroválvulas.

-Dispositivos de seguridad, debido a la presión y temperatura a la cual trabajan es necesario incorporar *switches* de seguridad en caso de que no se puedan abrir las puertas si la presión es elevada dentro de la cámara o que no se pueda activar el llenado de la canaleta del sello si la puerta está abierta, algunos *switches* son del tipo analógico y otros los incorpora el software. Adicionalmente estos equipos por los consumos eléctricos que realizan incluyen aparte de fusibles eléctricos, relevadores térmicos.

-Electrónica, el control de estas autoclaves se realiza con uno o más microprocesadores, relevadores mecánicos y de estado sólido, múltiples salidas de potencia. Muchas autoclaves automáticas incluyen impresoras para que el usuario lleve registro de todos los ciclos y productos esterilizados.

Si se desea profundizar en conceptos sobre diagramas de bloques, acondicionamiento de señales y algoritmos de control ir al los anexos 8.3, 8.4 y 8.5 en la última sección de este documento.

Aplicaciones

Las autoclaves como se mencionó son equipos utilizados para esterilizar materiales y son usados en la industria farmacéutica para esterilizar matraces, tubos, etc., pero también funcionan para esterilizar sustancias y procesar materiales de desecho. También suelen ser utilizadas para esterilizar equipo médico y de dentista. Las marcas de autoclaves verticales y de sobremesa que manejo es muy diversa ya que estas son de fácil fabricación, por otro lado las autoclaves automáticas que trabajo son de las marcas BMT, Yamato y HMC.

Capítulo IV

4. Participación en la Empresa

4.1. Mantenimiento Preventivo

Este procedimiento establece las acciones que se deben seguir para llevar a cabo el mantenimiento preventivo cámara climáticas, hornos, incubadoras y baños de temperatura.

Equipo necesario

- Multímetro Digital
- Juego de Desamadores Planos y de Cruz
- Pinzas de Punta
- Equipo de protección (guantes y gafas de laboratorio)
- Termómetro Digital con certificado de Calibración Vigente
- Termopares con certificado de Calibración Vigente
- Banco de resistencias para calibración del convertidor AD con certificado de Calibración Vigente
- Termo higrómetro digital con certificado de calibración vigente

Medidas de Seguridad

- Utilizar Guantes para altas temperaturas al momento de realizar las pruebas del equipo
- No utilizar el equipo cuando los voltajes en el toma corrientes excedan el 10% del voltaje nominal del equipo
- Cualquier montaje o desmontaje debe ser realizado sólo cuando el equipo esté desconectado de la red eléctrica
- Al desinstalar la cubierta metálica superior del interior de la cámara en caso de chequeo, tomar precauciones ya que existe peligro de cortar la junta de goma de la cámara durante la manipulación no cuidadosa
- Durante la puesta en marcha a temperaturas altas, se pueden alcanzar temperaturas superiores a las de la cámara en partes exteriores del equipo (tubos, escapes, alrededor del aislamiento, superficies, ventanas, etc.). Tomar las medidas necesarias de precaución
- Al desmontar y manipular las partes metálicas internas de la cámara, utilizar guantes de protección, ya que algunos bordes pueden estar filosos

Procedimiento

1. Registro de Datos del Equipo, Parámetros Ambientales y Temporales.
 - Tomo los datos del equipo que son: Marca, Modelo, Tipo, Número de Serie, Clave del usuario

- Registro la información general del cliente que consta de: Empresa, Dirección, Responsable del Equipo
- Registro la información general del Servicio que consta de: Tipo de Servicio (Mantenimiento Preventivo), Número de Informe que consta de la siguiente nomenclatura RMP- XXX-YY-NN, donde:
 - RMP – Reporte de Mantenimiento Preventivo
 - XXX – Numero Consecutivo de Cotización
 - NN – Consecutivo de Reporte para contratos de mantenimiento de equipo múltiple.
- Registro los datos Ambientales y Temporales Iniciales del servicio, los cuales son: Fecha, hora de inicio, temperatura, humedad relativa, voltajes de suministro

2. Inspección Visual y Prueba Inicial de Funcionamiento del Equipo.

Realizo una revisión superficial de los siguientes puntos: carcasa del equipo, cerradura de las puertas, sello de la puerta, paredes de la cámara, *display*, cable de alimentación, perillas y botones. La prueba de funcionamiento inicial el equipo consta de los siguientes puntos:

- Energizado correcto
- Despliegue de menú correcto
- Visualización correcta
- Funcionamiento del Teclado y Perillas correcto
- Verificación de algún programa corto que incluya las tres funciones principales: etapa de espera, etapa calentamiento, fin y etapa de enfriamiento
- Registro de los parámetros programados

3. Revisión Detallada del Equipo.

La parte principal de este servicio consta de los siguientes pasos:

- Desenergizó el equipo
- Mido del Suministro de Voltaje
- Reviso el Banco de Resistencias, Cableado y Conexiones Internas
- Reviso el sistema de iluminación y de UV
- Reviso el sistema de enfriamiento
- Limpio interiores y exteriores del equipo
- Re-ensambló

Revisión del Banco de Resistencia, Cableado y Conexiones.

Los pasos que sigo en este punto son:

- 1) Si en la prueba inicial del equipo observo que el calentamiento no es el adecuado procedo de la siguiente manera.
 - Desmonto la tapa posterior del equipo
 - Reviso que los cables y las conexiones de los elementos instalados no estén flojos, el aislante no esté dañado
 - Mido la resistencia con el multímetro de los elementos de calentamientos
- 2) Si en la prueba inicial el comportamiento si fue el adecuado continuo con la revisión de la siguiente manera:
 - Por la parte frontal, desmonto la puerta de cristal en caso de existir
 - Retiro las charolas superior y laterales
 - Realizo una inspección visual de las condiciones del banco de resistencias y del sensor, y me cercioro que se encuentren en la colocación adecuada y no presenten daños físicos

Revisión del sistema de enfriamiento:

- Desmonto la tapa superior del equipo
- Reviso que los cables y las conexiones de los elementos instalados no estén flojos, la condición de las tarjetas
- Utilizar aire comprimido para la limpieza del ventilador
- Mido la temperatura en el tubo de entrada y de salida del condensador para corroborar que la diferencia de temperatura entre ellos sea de entre 5 y 10 °C
- Limpio la tubería y el compresor
- Mido la corriente que consume el compresor que debe ser de 2.5 amperes aproximadamente

Revisión del sistema de iluminación y de UV.

- Por medio de las teclas ◀▶ y colocando el cursor en la posición ☀ dentro de cualquier programa del equipo y presionando ▲ es posible seleccionar la intensidad de la luz, esta se puede modificar en incrementos de 10% donde 0% es apagado y 100% es encendido total
- Verifico el estado de las lámparas y el funcionamiento del control de intensidad
- Realizo la limpieza de las lámparas

Realizo una limpieza profunda del sensor, resistencias, paredes del equipo y compresor con el agente limpiador. En caso de contar con ventilador, lubrico las partes rotatorias y realizo limpieza del mismo.

Re-ensamble del equipo.

El procedimiento de re-ensamblaje consta de los siguientes pasos:

- Coloco la parte inferior
- Coloco las tapas laterales de la cámara
- Coloco la tapa superior
- Coloco la puerta de cristal en caso de existir
- Coloco tapa posterior del equipo

Tras realizar el re-ensamblaje realizo una prueba de hermeticidad en la puerta del equipo:

- Reviso el sello de la puerta, no debe presentar raspaduras, roturas, holguras o material ajeno al mismo, coloco una hoja de papel entre la puerta y el sello, para superar la prueba, la hoja debe quedar sostenida fuertemente por la puerta

4. Prueba Operativa del Controlador y del Termostato.

La prueba Operativa del Controlador consta de los siguientes pasos:

- Energizo el equipo
- Registro los parámetros de control del equipo (configuración de los servicios)
- Realizo el "Service Test" de acuerdo al manual
- Realizo la prueba de Máximo enfriamiento
- Realizo la prueba de funcionamiento del generador de vapor
- Realizo una verificación del funcionamiento del termostato de seguridad
- Realizo la verificación de Temperatura y Humedad Relativa en los puntos de operación de usuario

Registro de los parámetros de control del equipo.

- Registro el offset de temperatura
- Registro el offset de Humedad Relativa
- Registro los datos del equipo

Verificación de Temperatura y Humedad Relativa en los puntos de operación de usuario.

- Coloco los 2 sensores de temperatura uno al centro de la cámara y el otro en una de las esquinas del equipo
- Coloco el sensor de humedad relativa al centro de la cámara
- Programo el equipo en los puntos de operación del usuario

- Configuro los sensores en la computadora y el tiempo de grabación de los mismos
- Una vez que la temperatura y humedad relativa alcancen el punto de operación del usuario, permito que la cámara estabilice tanto humedad como temperatura en los valores programados
- Una vez que la temperatura y humedad es estable, se deja grabando por 12 horas

Elaboración del Reporte

Al finalizar el servicio elaboro un reporte detallado de las actividades realizadas y el estado general del equipo, en el cual se agregan las graficas de comportamiento del equipo resultado del estudio de verificación.

Junto con este reporte anexo una copia del certificado de calibración y la trazabilidad del sensor que se ocupo en el estudio de verificación.

A si mismo elaboro una etiqueta con los datos del equipo, código del reporte de mantenimiento preventivo fecha de realización y fecha de próximo servicio, esta etiqueta la pego en la puerta del equipo junto a su identificación.

4.2. Calibraciones

4.2.1. Temperatura (TRP)

Este procedimiento establece las acciones que se deben seguir para llevar a cabo la calibración de cualquier instrumento de temperatura.

Equipo necesario

Los equipos y materiales necesarios para realizar la calibración son los descritos a continuación:

Sensores de resistencia de platino patrones

Es aconsejable disponer de un mínimo de dos resistencias termométricas de platino patrones con trazabilidad directa a la EIT-90 o en su defecto a la máxima entidad metrológica de la localidad (CENAM) y con incertidumbres de calibración adecuadas a la exactitud requerida en la calibración. En el caso de que sólo se disponga de un TRP patrón la incertidumbre se incrementará en consecuencia y se adecuará el procedimiento de forma que se asegure la calidad de la calibración.

La determinación de la temperatura del medio se realiza con un termómetro de resistencia de platino patrón o cualquier otro termómetro cuya exactitud sea por lo menos cuatro veces mayor que el termómetro bajo calibración.

Equipo para la medida de la resistencia

Cuando quiero alcanzar el mayor grado de exactitud, la medida de la resistencia de los termómetros utilizo un puente comparador de resistencias. La exactitud requerida para estos equipos debería ser de al menos $10^{-5} \Omega/\Omega$.

También se pueden utilizar multímetros digitales para la medida de la resistencia a cuatro hilos, cuando el TRP lo permita, obteniéndose en este caso el valor numérico de la misma. La exactitud requerida para estos equipos debería ser de al menos $10^{-4} \Omega/\Omega$ en el rango de 1000Ω .

Resistencia de referencia

Cuando utilizo un puente comparador de resistencias, es necesario disponer de una resistencia de referencia patrón calibrada (R_s). Esta resistencia puede ser la propia resistencia interna del puente, siendo más aconsejable utilizar una resistencia externa de mayor exactitud cuya temperatura pueda ser controlada.

Medios isotermos

Los medios isotermos son baños de temperatura controlada, que cubran el rango de calibración de los termómetros de resistencia de platino. Como fluidos termostáticos para distintos rangos se pueden emplear:

- Alcohol etílico de $-80 \text{ }^\circ\text{C}$ a $10 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Agua de $5 \text{ }^\circ\text{C}$ a $80 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Aceites de silicona de $-40 \text{ }^\circ\text{C}$ a $300 \text{ }^\circ\text{C}$. (Dependiendo del tipo cubren distintos intervalos dentro de este rango).
- d) Sales (Nitrato potásico, Nitrato sódico, Nitrito sódico en distintas proporciones) de $150 \text{ }^\circ\text{C}$ a $420 \text{ }^\circ\text{C}$.

Para la determinación de la histéresis es aconsejable utilizar tres baños, uno con las mejores características metrológicas, y otros dos en los que no se requiere especificaciones en cuanto a estabilidad y homogeneidad, ya que son los encargados de calentar y enfriar el termómetro de resistencia en el ensayo.

Medida de las condiciones ambientales

Los requerimientos en cuanto al control y medida de las condiciones ambientales no son estrictos. Es aconsejable utilizar equipos con incertidumbres menores de $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ para la medida de la temperatura y $\pm 5 \%$ HR para la medida de la humedad relativa.

Si se desea profundizar en diferentes tipos de sensores de temperatura, ir al los anexo 8.6 en la ultima sección de este documento.

Operaciones previas

Antes de comenzar el proceso de calibración es necesario que realice una serie de operaciones previas que garanticen el adecuado funcionamiento de los equipos.

- Inspecciono los TRP a calibrar para comprobar que se encuentran debidamente identificados: marca, modelo y número de serie, en caso de no disponer de estos datos siempre es posible identificar el equipo con el código asignado por el usuario, o con un código único que asigne el laboratorio, intentando que aparezca en un lugar visible del termómetro, por ejemplo, mediante una etiqueta adhesiva. Para la generación de códigos de equipos sin identificar recurrir al procedimiento interno de generación de código de ISL.
- Compruebo que el TRP a calibrar se encuentra en buen uso, es decir que no presente defectos que pudieran condicionar el resultado de las calibraciones como golpes, deformaciones, malos contactos o roturas de los hilos de conexión, entre otros.
- Compruebo que las condiciones ambientales del laboratorio antes y durante la calibración se encuentran dentro de los límites establecidos por el laboratorio, por ejemplo $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $<70\text{ \%HR}$. Si las condiciones se salen de los límites establecidos se analizará su influencia en el resultado de la calibración.
- Conecto los equipos electrónicos, como el puente de resistencias o el multímetro, con anterioridad, respetando los tiempos de estabilización indicados en los manuales suministrados por el fabricante, o en su defecto por los establecidos por el laboratorio, por ejemplo, al menos 2 horas.
- Compruebo que las condiciones de operación del puente de resistencias o del multímetro son las adecuadas para realizar la calibración y son las mismas que las utilizadas en su calibración, por ejemplo, intensidad de la corriente, sensibilidad, ancho de banda, rango, etc.

Proceso de Calibración

Secuencia de operaciones

I. Profundidad de inmersión de la resistencia termométrica a calibrar.
Antes de comenzar las medidas debo asegurarme de que la profundidad de inmersión del termómetro sea la adecuada en el medio isoterma, para evitar problemas de conducción térmica. La profundidad de inmersión la determino introduciendo en su totalidad el sensor en el medio isoterma y extrayéndolo paulatinamente hasta observar variaciones significativas en las medidas del termómetro. La profundidad de inmersión adecuada se encontrará en el margen en el que no se aprecien variaciones de la temperatura. Si incluso con el sensor sumergido en su totalidad se

observaran variaciones de temperatura al extraerlo, se sumergirá el cable que lo une al equipo de lectura, tomando las precauciones necesarias para que el líquido del baño no penetre ni en el sensor ni el cable o no se deteriore el cable en el horno (p. e. si se sumerge en agua puede ser suficiente cubrir los cables del sensor con algún tipo de silicona, etc.). Si esto no fuera posible se aumentará la incertidumbre de calibración del termómetro(1). Esta prueba la realizo en una temperatura bastante alejada de la temperatura ambiente que esté dentro del margen de calibración del termómetro (valores cercanos al máximo o mínimo del rango).

NOTA

- (1) Una posible forma de ver el error cometido por conducción térmica es ajustar los datos de temperatura, t , tomados con el sensor sumergido a distintas profundidades, x , con una ecuación de la forma $t = t_0 \cdot (1 - e^{-\frac{x}{x_0}})$. La temperatura a la que el termómetro no conduce es t_0 , lo que nos permitirá corregir la temperatura, t , medida con el sensor sumergido una longitud x .
- (2) Determinación del valor de la resistencia del termómetro patrón y del termómetro a calibrar en el punto triple del agua.

II. Histéresis de la resistencia termométrica a calibrar.

Uno de los principales problemas que se presentan las resistencias termométricas de platino es su falta de estabilidad cuando el sensor es sometido a diferentes condiciones térmicas de trabajo. Estos sensores presentan histéresis, es decir, sus propiedades, y por tanto la medida de la temperatura, depende de los ciclos térmicos, o de la temperatura anterior a que se haya sometido al sensor. Las mejores estabilidades durante un ciclo térmico conseguidas después de rigurosos tratamientos térmicos para llevarlas a estados estables son de ± 5 mK, estando los valores normales entre ± 10 mK y ± 50 mK.

La histéresis de una resistencia termométrica de platino la determino a una temperatura intermedia del rango de calibración, sometiendo al sensor a ciclos de calentamiento y enfriamiento. Un ciclo lo realizo colocando el sensor en un baño a la temperatura más alta del rango a calibrar hasta que alcance dicha temperatura, posteriormente saco el sensor y lo coloco en un baño controlado y estable a una temperatura intermedia del rango de calibración, para determinar su resistencia, R_{ij} . Finalizada la determinación coloco el sensor en un baño a la temperatura más baja del rango a calibrar hasta que alcance dicha temperatura, y repito la determinación de la resistencia a la temperatura intermedia del rango de calibración. El ciclo se continúa hasta obtener 10 valores de la resistencia. La temperatura intermedia de referencia del baño en las 10 determinaciones se medirá con los termómetros patrones, para garantizar que permanece constante.

III. Determinación del valor inicial de la resistencia del termómetro a calibrar en el punto triple del agua.

Una vez finalizada la estabilización térmica y la determinación de la histéresis de la resistencia termométrica, repito la determinación de la resistencia en el punto triple del agua, como valor inicial de la calibración, de acuerdo al punto 2 de este apartado.

IV. Calibración.

La calibración de la resistencia termométrica, la realizo por comparación con resistencias termométricas patrones en baños de líquido isoterms.

Medidas en los puntos de calibración

Los puntos de calibración los distribuyo uniformemente en el rango de calibración de la resistencia termométrica. Según sea el modelo de interpolación que se esté empleando serán los puntos de calibración a realizar, para el caso de la ecuación de Callendar – Van Dusen, se recomiendan 10 puntos experimentales para todo el intervalo (-200 °C a 850 °C), se reduce el número de puntos conforme se acota el intervalo hasta un mínimo de 3 puntos, quedando estos puntos distribuidos en dicho intervalo.

Teniendo en cuenta que las funciones de desviación de -80 °C a 420 °C se expresan mediante ecuaciones cuadráticas, sólo serían necesarios 3 puntos para obtener las constantes por interpolación. Sin embargo, es deseable obtener medidas en más puntos y calcular, por ajuste o aproximación, las constantes que minimicen el error cuadrático. Se seleccionan al menos 5 puntos, dependiendo de la exactitud buscada y del tamaño del intervalo de medida.

La calibración se comienza a la temperatura más baja del rango en el que se va a calibrar la resistencia termométrica. La secuencia de calibración se realiza tomando lecturas primero del primer patrón, a continuación la resistencia termométrica a calibrar, repitiendo luego las lecturas en sentido inverso:

$$R_{p11}, R_{11}, R_{12}, R_{p12}$$

Antes de cambiar el punto de operación del baño al siguiente punto de calibración es necesario comprobar que la estabilidad, (como diferencia entre los valores transformados a temperatura del primer patrón), y la uniformidad, (como diferencia entre la media de los valores transformados a temperatura del primer patrón en un punto A determinado con anterioridad en el estudio termométrico del baño menos la lectura del patrón en un segundo punto B determinado con anterioridad), en el baño durante la toma de los datos son menores que los valores obtenidos en la caracterización del mismo. Si las medidas no cumplen estos criterios se rechazarán y se repetirá el ciclo. Si no es posible obtener valores más pequeños de la uniformidad y de la estabilidad, se aumenta la incertidumbre de acuerdo con los valores obtenidos, y se estudiara la fuente del problema, analizando la caracterización del baño, y el estado de los patrones.

Realizo la secuencia antes descrita en cada punto de calibración.

Determinación del valor final de la resistencia del termómetro a calibrar y de los termómetros patrones en el punto triple del agua.

Para finalizar la calibración realizo las medidas de la resistencia en el punto triple del agua de los termómetros, como valor final de la calibración, para comprobar la estabilidad de las sondas durante la calibración, y tenerlo en cuenta como una contribución a la incertidumbre.

Toma y tratamiento de los datos

Valor de la resistencia del termómetro a calibrar y de los termómetros patrones en el punto triple del agua

Anoto el valor del ratio o el valor de resistencia medido directamente por el multímetro en el punto triple del agua (de acuerdo al apartado 5.3.1.) del TRP a calibrar para obtener la resistencia en el punto triple del agua $R(273,16\text{ K})$, este valor no deberá diferir del último valor obtenido durante la estabilización del termómetro. Se procederá de igual forma con los termómetros patrones, si se dispone de célula del punto triple del agua, o se tomará el valor del certificado de calibración para obtener sus resistencias $R_{p1}(273,16\text{ K})$. Para el patrón éste será el valor inicial de su resistencia en el punto triple del agua.

Profundidad de inmersión de la instrumento a calibrar

Anoto el valor de la profundidad a la que se ha colocado el sensor en el baño. La profundidad de inmersión del sensor quedará especificada en el certificado de calibración.

Histéresis de la resistencia termométrica a calibrar

Durante la determinación de la histéresis anoto el valor medido del termómetro patrón, para obtener el valor de la resistencia y determinar la temperatura del baño, garantizando que permanece constante. La temperatura del baño será la media de las lecturas del patrón. Si durante el ensayo la consigna del baño varía y no es posible mantener el mismo valor de la temperatura medido con el TRP patrón, se deben referenciar las medidas del TRP a calibrar a una misma temperatura del TRP Patrón para poder comparar, por ejemplo, si la temperatura del baño determinada con el TRP patrón se eleva en 10 mK, respecto del valor inicial o valor tomado como referencia, descontaremos a la medida del TRP a calibrar 10 mK y de este modo queda referenciado al valor inicial.

NOTA:

Los coeficientes de sensibilidad para un TRP de 100Ω ($R_0=100\Omega$) a cada temperatura se obtienen a partir de la norma internacional IEC 751 [10] mediante las siguientes relaciones:

En el rango de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $0\text{ }^{\circ}\text{C}$

$$R_t = R_0 \cdot [1 + A \cdot t + B \cdot t^2 + C \cdot (t - 100)^3]$$

En el rango de $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $420\text{ }^{\circ}\text{C}$

$$R_t = R_0 [1 + At + Bt^2]$$

Donde los valores de las constantes para termómetros de resistencia de platino industriales comúnmente usados son:

$$A = 3,9083 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}; B = -5,775 \cdot 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-2}; C = -4,183 \cdot 10^{-12} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-4}.$$

Se anotará el valor del ratio del termómetro a calibrar para obtener su resistencia R_i en cada repetición, y determinar la desviación típica de las medidas s_{his} .

$$s_{his} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R})^2}{n-1}}$$

Calibración

La toma de datos en el proceso de calibración se realiza de acuerdo a la secuencia descrita anteriormente.

En cada punto de calibración “i” se anotan:

El valor indicado por el puente del termómetro a calibrar, para obtener las resistencias R_{i1} y R_{i2} como producto del ratio por la resistencia de referencia del puente R_s o bien por el valor mostrado por el multímetro lector.

Una vez obtenidas las R_i , R_h y las R_p en los diferentes puntos de calibración se deberá ajustar la ecuación de *Callendar–Van Dusen* a estos puntos por el método de mínimos cuadrados, determinando así los coeficientes A, B y C.

Nota:

La ecuación de Callendar–Van Dusen se utiliza para describir el comportamiento de una termo resistencia: Resistencia(R) versus temperatura(t).

Para el rango entre $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ la ecuación es:

$$R(t) = R(0)[1 + A(t) + B(t)^2 + (t - 100)C(t)^3].$$

Para el rango entre $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $661\text{ }^{\circ}\text{C}$ la ecuación es:

$$R(t) = R(0)(1 + A(t) + B(t)^2).$$

En general se emplea para la relación entre temperatura y resistencia para los termómetros de Platino. Para la determinación de las constantes ver fig. 1

Método para la determinación de constantes para la Ecuación de Callendar – Van Dusen:

Donde:

t_i Temperaturas en los n puntos de calibración

Rt_i Resistencias del termómetro medidas en los n puntos

R_h Resistencia del termómetro a 0 °C

σ_i Incertidumbres de medición en los n puntos

Se anotarán las condiciones ambientales durante la calibración, tomando las acciones correctoras necesarias cuando las mismas se encuentren fuera de los límites establecidos. Las correcciones, cuando aplique a algún equipo, se establecerán en función de los coeficientes de sensibilidad de ese equipo a la variación de las condiciones ambientales.

Resultados

Cálculo de incertidumbres

El cálculo de incertidumbres lo realizo aplicando los criterios establecidos en la *Guía estimar la incertidumbre en la medición* editada por el CENAM. Que ha tomado como base la guía ISO “Guide to the expression of uncertainty in Measurement” y la guía EA-4/02 “Expression of the uncertainty of measurement in calibrations”.

Como ya indiqué, el resultado de la calibración relaciona para cada punto de calibración el valor de la resistencia $R(T_{90})$ y el valor R_h . La temperatura T_{90} se obtiene a partir del termómetro de resistencia patrón, mediante sus funciones de desviación y las funciones dadas por la EIT-90.

La incertidumbre del resultado de la calibración $u_c(T_{90})$ se puede descomponer en las contribuciones debidas a la determinación del valor de la temperatura con la resistencia termométrica patrón $u(T_{90})$, y las contribuciones debidas a la determinación del valor de la resistencia a la temperatura T_{90} para la resistencia termométrica calibrada $u(R(T_{90}))$ en cada punto de calibración.

Determinación de Fuentes de Incertidumbre

Para evaluar el presupuesto de incertidumbre en cada punto de calibración se toman las siguientes fuentes de incertidumbre:

- **Incetidumbre del Termómetro Patrón (U_{TP})**

Se obtiene directamente del certificado de calibración y cartas de control.

- **Uniformidad del medio de temperatura (U_{MT})**

Se obtiene del resultado del estudio previo de caracterización del baño de temperatura y las cartas de control del mismo.

- **Propagación de la incertidumbre del punto de hielo (U_{PPToh})**

Se obtiene del resultado del estudio declarado en las cartas de control.

- **Propagación de la incertidumbre del punto de hielo (U_{PPToh})**

Se obtiene del resultado del estudio declarado en las cartas de control.

- **Resolución del instrumento lector (U_{res})**

Se evalúa de acuerdo al dígito menos significativo (DMS) del instrumento, con la siguiente ecuación:

$$U_{res} = \text{DMS} / \sqrt{12}$$

- **Linealidad del instrumento lector (U_{lin})**

Se obtiene de las especificaciones del fabricante.

- **Reproducibilidad del TRP (U_{repd})**

Se obtiene de los valores registrados en el punto más alto de la calibración, recordando que tenemos dos lecturas por cada punto. Se debe tomar en cuenta que el valor será tomado en unidades de temperatura utilizando el coeficiente de sensibilidad como factor de transformación.

Para la estimación se utilizará la forma descrita a continuación:

$$U_{repd} = (W_{UPC1} - W_{UPC2}) / \sqrt{3}$$

- **Repetibilidad del TRP (U_{rept})**

Es la dispersión de todos los valores de R_0 obtenidos durante la calibración. Se entiende entonces que cuando este valor es más pequeño, las diferencias de los valores respecto a la media, es decir, los desvíos, son menores y, por lo tanto, el grupo de observaciones es más “homogéneo” que si el valor de la desviación estándar fuera más grande.

- **Autocalentamiento (U_{aut})**

El auto calentamiento está en función de la corriente de medición y el medio donde se encuentra el TRP. La incertidumbre por este efecto es difícil de estimar en un medio de temperatura controlada, por lo que se recurre a establecer la corriente de medición (1 mA), tanto para la calibración como para el uso del TRP, de esta manera se reduce la incertidumbre por este efecto, quedando así la debida por el medio, la cual puede estimarse experimentalmente u obtenerla de los datos del fabricante.

- **Fuga térmica (U_{fugt})**

Es el cambio que experimenta el TRP cuando este se le practica un cambio de inmersión, asumiendo que el medio de temperatura (baño u horno) no presenta gradientes verticales de temperatura. La estimación de incertidumbre por inmersión se obtiene de manera experimental y se considera una distribución uniforme.

Incertidumbre combinada y expandida final por punto de calibración

La incertidumbre combinada se puede obtener con la siguiente ecuación:

$$U_c = \sqrt{U_{PT}^2 + U_{mt}^2 + U_{PPlth}^2 + U_{res}^2 + U_{lin}^2 + U_{repl}^2 + U_{rept}^2 + U_{aut}^2 + U_{fug}^2}$$

Para la expansión la incertidumbre, la ecuación anterior se multiplica por un factor de cobertura $k=2$, para obtener la incertidumbre expandida. Considerando que la probabilidad de la incertidumbre combinada es aproximadamente normal, el factor $k=2$ proporciona un intervalo con un nivel de confianza entorno al 95%, para infinitos grados de libertad.

$$U = k u(R(T_{90}))$$

La mayoría de las componentes a la incertidumbre son de tipo B, a partir de una distribución de probabilidad a priori, y se ha supuesto que el valor $u(x_i)$ es conocido, esto supone que el número de grados de libertad tiende a infinito, no estando alejado de la realidad, según anexo G (G.4.3) [5]. La incertidumbre debida a la histéresis de la resistencia es de tipo A, considerando que la incertidumbre combinada de salida fuera de ± 50 mK, y la contribución debida a la histéresis ± 10 mK con 10 determinaciones, el número efectivo de grados de libertad a partir de la ecuación de Welch-Satterthwaite es de 6250.

Interpretación de resultados

El resultado de la calibración es una tabla que relaciona la temperatura con la resistencia de la resistencia termométrica de platino, junto con la incertidumbre asociada a estas medidas en los puntos de calibración.

También son obtenidos los parámetros de la ecuación de interpolación de Callendar, la cual refleja el comportamiento de su resistencia eléctrica en función de la temperatura en el intervalo calibrado, de esta forma es caracterizado el sensor en dicho intervalo.

La incertidumbre de calibración en todos los puntos debe ser menor que la tolerancia asignada por el usuario.

El periodo de recalibración es responsabilidad del usuario, para resistencias termométricas de platino puede oscilar entre 6 meses y 2 años, dependiendo del uso del instrumento y de la incertidumbre de medida que se quiera alcanzar con él.

4.2.2. Temperatura y Humedad (Termohigrómetros)

Equipos y materiales

Los equipos y materiales necesarios para realizar la verificación son los descritos a continuación:

- Un termohigrómetro digital patrón con dos sondas, preferiblemente con incertidumbre de calibración del orden del 1,0 %HR o mejor en humedad relativa y de 0,10 °C o mejor en temperatura, para un nivel de confianza aproximadamente del 95 %.
- Medio isoterma generador de temperatura y humedad controlada con funcionamiento en el margen de calibración del instrumento, caracterizado en estabilidad y uniformidad, tanto en temperatura como en humedad, que deben ser coherentes con la incertidumbre de calibración.
- Registrador de condiciones ambientales (temperatura y humedad) para el laboratorio, calibrado en el margen de uso.

Operaciones previas

Antes de comenzar el proceso de verificación es necesario realizar una serie de operaciones previas que garanticen el adecuado funcionamiento de los equipos.

Identificación e inspección inicial del termohigrómetro

El termohigrómetro a verificar deberá estar identificado con al menos un número de serie. Si no lo estuviera, y antes de iniciar la verificación, se procederá a la identificación por el laboratorio, marcando (p.e. con una etiqueta adhesiva), en el lugar del termohigrómetro que se considere más apropiado, un número identificativo de la forma que determine el laboratorio.

Los termohigrómetros pueden tener diversas formas de aislamiento y de fundas protectoras; también pueden presentarse con los hilos desnudos. Los signos evidentes de tensiones mecánicas, contaminación, etc., deben ser anotados y el cliente avisado de que la incertidumbre de verificación puede verse afectada. Cualquier presencia de humedad, especialmente alrededor de las conexiones de los cables de compensación/extensión debe analizarse, pues podrían producirse fuerzas electromotrices parásitas por efecto electrolítico.

Revisión de Instrumento

Compruebo la ausencia de daños tanto del indicador como el sensor y cable de interconexión. Si existen muestras evidentes de defectos mecánicos, contaminación, o de otra índole, los anoto en la hoja de datos y se notifico al cliente si, a juicio del responsable técnico, pueda comprometerse la validez de la calibración.

Compruebo el estado de la batería del instrumento, asegurando que se encuentra dentro de los valores normales para su correcto funcionamiento e indicados en el manual del fabricante.

Si el instrumento tiene una indicación configurable y ésta afecta los resultados de la calibración, anoto los valores de los parámetros utilizados. Estos parámetros pueden ser por ejemplo un polinomio de conversión, la resolución o una corrección de calibración.

Revisión del medio generador

Realizo una inspección visual del interior del medio generador para comprobar que se encuentra en buen estado y sin evidencias de contaminación. En caso contrario se procedo a la limpieza de las paredes con alcohol y posteriormente con agua pura.

Estabilización previa

Antes de comenzar la verificación, se conecto los equipos que se vayan a utilizar, incluido el termohigrómetro a verificar, siguiendo las instrucciones de los manuales técnicos y esperando los tiempos de calentamiento y estabilización adecuados.

Condiciones ambientales

Anoto las condiciones ambientales durante la verificación: temperatura y humedad. Estas deben mantenerse dentro de unos límites tales que no afecten a los instrumentos de medida y equipos que vayan a ser utilizados en la verificación.

Proceso de verificación

Secuencia de operaciones :

Introduzco el sensor o sensores de los instrumentos y patrones a medir en el centro de la zona de calibración del generador y a través de los pasa muros habilitados para tal fin. Los patrones los sitúo a una distancia lo más cercana posible que permita introducir entre ellos el sensor o sensores a calibrar, bien en una o dos filas en una línea recta trazada entre los patrones, evitando tocarse entre sí. Esquemáticamente sería como se muestra en la figura 7.

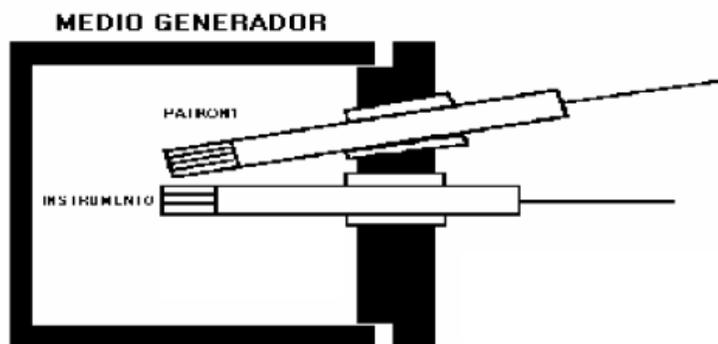


Figura 7. Diagrama de colocación de sensores

La verificación de calibración la realizo a una temperatura fija. En ningún momento se debo exceder la temperatura o humedad máxima de uso del instrumento bajo revisión.

Una vez estable el medio generador, se debo tomar lecturas por 20 min con una tasa de muestreo de una muestra cada 20 segundos. Para comprobar si el generador está lo suficientemente estable, es conveniente registrar las lecturas de temperatura y humedad de uno de los patrones durante un periodo como mínimo de 20 minutos tras alcanzar el régimen de control en el punto de consigna seleccionado.

Toma y tratamiento de los datos

Para cada punto de verificación se anotará:

- 1) Posibles anomalías si se dan.
- 2) Si el termohigrómetro fue verificado con compensación.
- 3) Las condiciones ambientales de temperatura y humedad relativa.
- 4) El tipo de medio de referencia utilizado.

RESULTADOS

Reporte de Calibración

Al terminar emito un reporte en donde incluyo los siguientes elementos:

- a) Nombre del cliente para el cual se realiza la calibración
- b) Descripción del equipo para el cual se realiza la calibración
- c) Puntos de calibración de Temperatura y Humedad ejecutado
- d) Fecha y Hora de la calibración, así como de cada lectura en específico
- e) Identificación y datos del instrumento patrón
- f) Identificación y datos de los instrumentos a prueba
- g) Las desviaciones puntuales de cada sensor con referencia al instrumento patrón
- h) Nombre y firma de la persona que ejecuta la calibración
- i) Nombre y firma de la persona que revisa y avala el proceso.

Interpretación de resultados

Los periodos de calibración de los termohigrómetros, no están normalizados debido a su diversidad de tipos, rangos de temperatura, construcción, aplicación, intensidad de uso, etc. El usuario del termohigrómetro debe establecer su propio programa de comprobaciones y calibraciones adaptado a sus equipos y sistemas de medida, según su experiencia. En principio, se podría comenzar con un período inicial de verificación de un año, para posteriormente dependiendo del comportamiento del termohigrómetro aumentarlo o disminuirlo.

4.3. Calificaciones

El presente procedimiento tiene por objeto dar a conocer los pasos, etapas, y operaciones que realizo para ejecutar la calificación a equipos de tipo incubadora, hornos de temperatura, refrigeradores o cámaras climáticas.

Las calificaciones son un método utilizado en la validación de un equipo, es decir, son las pruebas documentadas de que un equipo funciona correctamente y cumple con las especificaciones de fabricante y operacionales.

Este procedimiento engloba las etapas desde inicio hasta final de un servicio de calificación (administrativa, técnica, de servicio, y documental), describiendo los pasos a seguir, y los puntos a tomar en cuenta al momento de realizarse.

La calificación pueden enfocarse a diseño y funcionamiento de: equipos, áreas y software.

Este protocolo se enfocara únicamente en la ejecución de calificaciones de instalación (IQ), operación (OQ), y desempeño (PQ), a equipos que manejan únicamente temperatura y humedad, más específicamente, hornos, incubadoras, refrigeradores y cámaras climáticas.

Definiciones

Calificación Evaluación de las características de los elementos del proceso.

Validación: Evidencia documentada que demuestra que a través de un proceso específico se obtiene un producto que cumple consistentemente con las especificaciones de calidad establecidas.

Calificación de Instalación También llamada IQ (Installation Qualification), es la evidencia documentada de que las instalaciones, sistemas, y equipos se han instalado de acuerdo a las especificaciones de diseño previamente establecidas. La calificación de Instalación debe realizarse en instalaciones, sistemas y equipos nuevos o modificados. Requiere alta interrelación entre el área de ingeniería y Validaciones

En el IQ se documenta que:

- ✓ En el área se ha realizado la correcta instalación del sistema.
- ✓ El personal está capacitado para operar, mantener y limpiar el sistema.
- ✓ Certificar la existencia de todas las piezas, controles e instrumentos requeridos en la operación.

Calificación de Operación También llamada OQ (Operation Qualification), es la evidencia documentada que demuestra que el equipo, las instalaciones y los sistemas operan

consistentemente de acuerdo a las especificaciones de diseño establecidas. La calificación de Operación debe seguir a la calificación de Instalación.ⁱ

En el OQ se documenta que:

- ✓ El sistema puede operar según su diseño e intención.
- ✓ Es capaz de operar respectivamente dentro de todo el rango de las variables del proceso.
- ✓ La instrumentación del sistema está calibrada.
- ✓ En la OQ se opera el sistema para compararlo contra las especificaciones operacionales.
- ✓ Es la última oportunidad de conocer el sistema antes de comprometerlo en Producción.

Calificación de Desempeño También llamada PQ (Performance Qualification), es la evidencia documentada de que las instalaciones, sistemas, y equipos se desempeñan cumpliendo los criterios de aceptación previamente establecidos. La calificación de Desempeño debe seguir a la terminación satisfactoria de la calificación de Instalación y Operación

Tiene como objetivos:

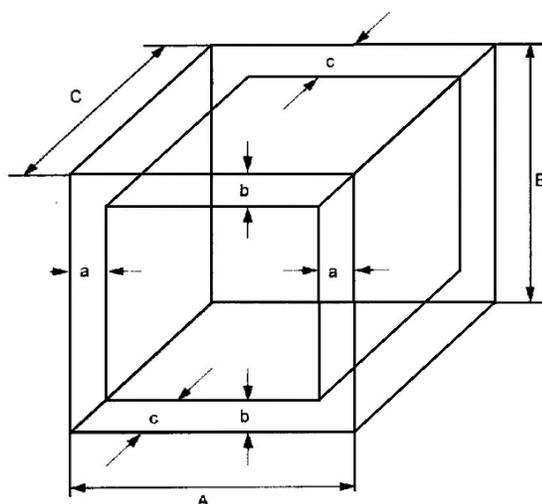
- ✓ Determinar las variables y condiciones de uso establecidas por el usuario.
- ✓ Demostrar confiabilidad y consistencia del proceso.
- ✓ Confirmar el cumplimiento de las variables y condiciones de uso para el equipo.

Generalidades

Volumen útil de la cámara Se le llama volumen útil de la cámara, al espacio dentro del equipo que garantiza el cumplimiento de los requisitos técnicos (especificaciones del fabricante).

Se calcula al restar el diámetro interno de todos los lados dentro de la cámara en un 10%.

- La distancia al piso y techo, cada una se le resta el 10% de la altura (B)
- La distancia a los costados, cada una se le resta el 10% del largo (A)
- La distancia al fondo y frente a la puerta, cada una se le resta el 10% de la profundidad (C)



A, B, C= paneles internos del equipo
a, b, c = espacio despejado entre los paneles internos y el espacio utilizable de la rejilla

$$\begin{aligned} a &= 0.1 \cdot A \\ b &= 0.1 \cdot B \\ c &= 0.1 \cdot C \end{aligned}$$

$$V_{\text{util}} = (A - 2 \cdot a) \cdot (B - 2 \cdot b) \cdot (C - 2 \cdot c)$$

Figura 8. Cálculo del volumen útil de la cámara.

Temperatura ambiente

Es la temperatura homogénea que circunda (2-3 metros) el equipo a calificar.

Es de suma importancia conocer la temperatura ambiente, ya que de ello depende el rendimiento y eficiencia del equipo (pudiendo ocasionar problemas con las pruebas y no cumplir con las condiciones programadas de set point).

Localidad de medición: a la mitad de la altura del equipo. En equipos que cuenten con refrigeración con convección forzada, se debe medir justo a la entrada del aire del ventilador del condensador.

Condición de estabilidad (condiciones estables)

Estado de operación durante el cual la variación (dentro del espacio útil de la cámara) de los parámetros (temperatura, humedad, CO₂) no supera el valor máximo de uniformidad (establecido por el fabricante o procedimiento del usuario).¹

Tiempo empírico estimado para alcanzar las condiciones estables:

Temperatura con convección forzada	1 hrs
Temperatura con convección natural	4 hrs
Temperatura en hornos de vacío	12 hrs

Arreglo de los sensores para temperatura y humedad relativa

Dependiendo de las dimensiones, volumen del equipo y número de rejillas, se decidirá los puntos espaciales (número de sensores) para realizar las pruebas correspondientes. Deberán distribuirse uniformemente dentro del espacio útil de la cámara cuando el estudio sea a cámara vacía (sin carga), y se distribuirán uniformemente dentro de la carga cuando el estudio sea de desempeño (con carga establecida por el usuario).

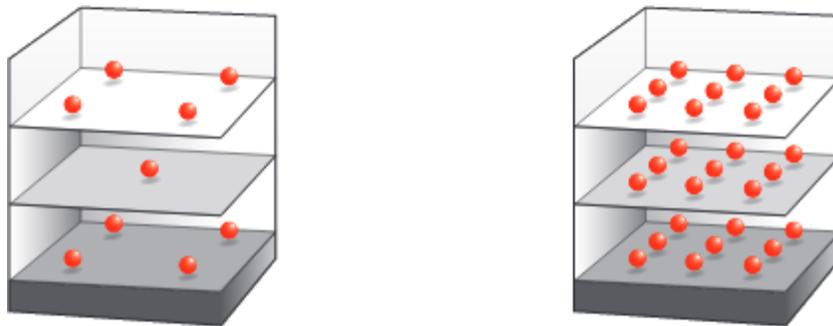


Figura 9. Ejemplo de colocación de sensores en la cámara

Instrucciones para la colocación de sensores a cámara vacía:

- Se usaran termopares para el estudio de temperatura.
- Las rejillas deben distribuirse uniformemente dentro de la cámara, para asegurar que la punta de los sensores queden alejada de las paredes internas a una distancia de por lo menos 10%.
- Debe haber siempre una rejilla en el medio de la cámara. De no poder colocarse justo en el medio, use la posición justo debajo de esta.
- Colocar la punta de los sensores de temperatura 15 mm por encima de la rejilla, en paralelo con esta.

Carga máxima (por rejilla y total)

Carga máxima por rejilla: Es la cantidad de masa máxima que se puede poner en el área útil de cada rejilla.

Carga máxima total: Es la cantidad de masa máxima que se puede introducir en el área útil de la cámara simultáneamente, esto dependerá del número de rejillas que sean introducidas.

En general estas se refieren a la resistencia del material de las rejillas y paredes internas de la cámara para soportar la carga sin deformarse permanentemente.

Verificación inicial y final de los sensores de temperatura

Verificación Inicial: La verificación inicial de los termopares debe realizarse antes de realizar cualquier estudio termométrico (pudiendo ser para OQ o PQ).

Esta verificación debe realizarse en las instalaciones de ISL siguiendo los siguientes pasos:

1. Colocar los termopares y un RTD en el baño de temperatura.
2. Configurar el controlador a la temperatura de trabajo del equipo a calificar.
3. Una vez estabilizado se toman las lecturas durante 30 min, con 1 muestra/min.
4. Si los termopares se encuentran desviados, deberá hacerse un ajuste a cada uno de ellos.
5. Se repite el paso 3 y 4 hasta tener la menor desviación posible.

Esta corrida (archivo) será la utilizada al momento de realizar el estudio en el equipo.

La desviación máxima permitida en la verificación de calibración final no deberá variar por más de 0.3 °C.

Verificación final: La verificación final de los termopares debe realizarse una vez terminados todos los estudios termométricos.

Esta verificación debe realizarse en las instalaciones de ISL siguiendo los siguientes pasos:

1. Colocar los termopares y un RTD en el baño de temperatura.
2. Configurar el controlador a la temperatura de trabajo del equipo a calificar.

3. Una vez estabilizado se toman las lecturas durante 30 min, con 1 muestra/min (no ajustar los termopares).

La desviación máxima permitida en la verificación de calibración final no deberá variar por más de 0.5 °C.

Procedimiento

El servicio de calificación pasa por 4 etapas: administrativa, técnica, de servicio (o ejecución), y la parte documental.

El diagrama de flujo del proceso completo se muestra a continuación:

DESCRIPCIÓN DE LAS ETAPAS

Administrativa:

El gerente de servicio será el encargado de cumplir con los primeros 4 pasos (sección administrativa), y una vez confirmado el servicio, este delegara a la persona encargada de dicha calificación.

Técnica:

La verificación de termopares debe realizarse previo y post la realización del estudio termométrico. Estos pasos se han descrito en el punto anterior “5. GENERALIDADES”, para conocer el proceso más específicamente se debe leer el procedimiento ISL-GLP-O014-MP “Procedimiento de verificación de termopares”.

Servicio:

También llamada “de ejecución”, como su nombre lo describe, engloba todo el proceso de ir a sitio y realizar las pruebas correspondientes al equipo. En esta etapa se llena el protocolo y se realiza el estudio termométrico (de distribución y penetración de temperatura).

Esta etapa se subdivide en otras dos: “ejecución” y “recolección y análisis de datos”. A continuación se muestran los diagramas correspondientes a dichos procesos.

Siendo esta la última etapa, el ingeniero encargado debe analizar los datos, dar formato, documentar la información en el servidor de ISL e imprimir todas las pruebas en limpio (anexando los documentos originales).

Una vez que se tenga la carpeta de calificación debidamente completada, se debe llevar y entregar al encargado por parte del cliente, si es posible se sella e ingresa la factura ese mismo día (de lo contrario se dará seguimiento).

El servicio se dará por finalizado solo hasta que se haya ingresado la factura correspondiente.

PRUEBAS

A continuación se describen las pruebas específicas para hornos, incubadoras, refrigeradores y cámaras climáticas:

Consumo de energía

Esta prueba la realizo en la Calificación de Instalación (IQ).

Es la potencia por unidad de tiempo consumida por el equipo en condiciones constantes (set point establecido por el usuario).

Cálculo: Potencia [kWh] / duración del estudio [h], la unidad será dada en Wh/h.

Prueba de calentamiento o enfriamiento

Esta prueba la realizo en la Calificación de Operación (OQ).

Tiempo de calentamiento o enfriamiento: Ese le toma calentar o enfriar a una cámara vacía, empezando desde una condición estable en el punto de operación (temperatura) más bajo del equipo, y programándolo para que alcance el punto de operación deseado. En resumen, es el tiempo que le toma a una cámara alcanzar el límite de desviación bajo del set point deseado. Este es medido con un único sensor al centro de la cámara.

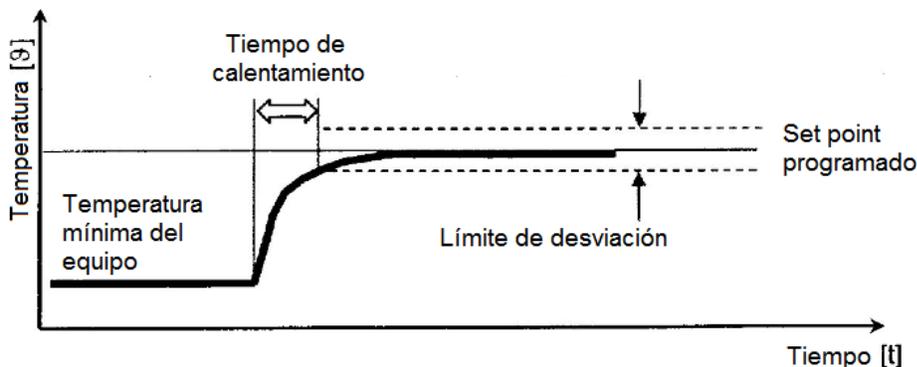


Figura 10. Diagrama de tiempo de calentamiento

Tiempo de recuperación en temperatura y humedad

Esta prueba la realizo en la Calificación de Operación (OQ).

Tiempo de recuperación: Periodo de tiempo en el que el valor medido de temperatura y humedad permanece dentro de los límites de desviación después de haberse abierto la puerta del equipo (90°) durante 30 seg y cerrándola. Este es medido con un único sensor al centro de la cámara.

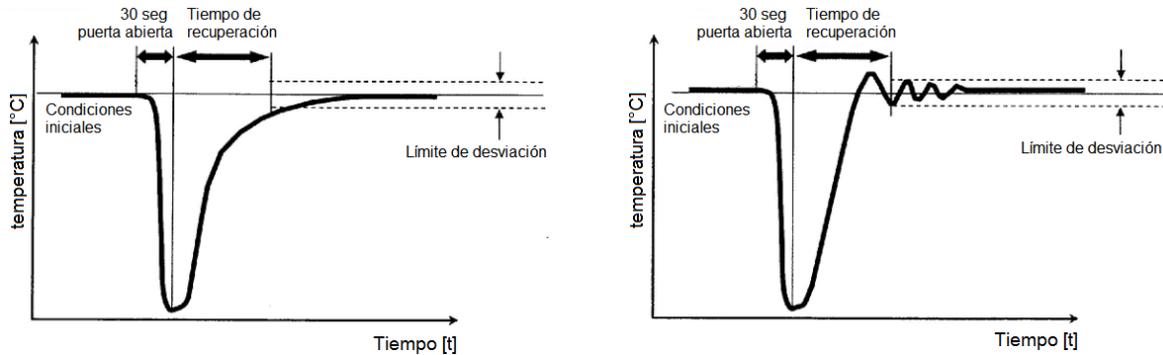


Figura 11. Diagrama de tiempo de recuperación de la cámara

Límites de desviación de humedad relativa en cámaras Binder (establecido por el fabricante):

Set point programado Límite de desviación

0% HR a 100 %HR Valor de fluctuación en humedad

Prueba luz visible y UV

Esta prueba la realizo en la Calificación de Operación (OQ).

NOTA.

Esta prueba la realizo únicamente a las cámaras que cuenten con esta función.

El sistema de luz de un equipo se califica realizando 3 pruebas diferentes: midiendo el espectro visible, la región de luz UV, y la distribución espectral.

- ✓ Se recomienda lecturas individuales en 25 puntos distribuidos a lo largo de la superficie, por rejilla (ej. Si se tienen 3 rejillas en la cámara, se realizarán 75 mediciones de luz visible, y 75 mediciones de luz UV).
- ✓ La distancia entre el centro de la circunferencia del sensor y la parte más baja de las lámparas de luz (o cristal de protección) debe ser de 12 cm.

Luz visible: Es la radiación en el espectro electromagnético que puede ser percibida por el ojo humano (espectro visible), la longitud de onda va desde 400 nm a 700 nm. Se mide con un radiómetro y la unidad de medida es el LUX.

Luz UV: radiación electromagnética cuya longitud de onda está comprendida aproximadamente entre los 400 nm y los 15 nm. Se mide con un radiómetro y la unidad de medida es el UVA.

Distribución espectral: La distribución espectral representa la distribución de la energía radiada en longitudes de onda diferentes en la parte visible del espectro. Puede definirse para cada tipo de fuente de la luz.

Estudio termométrico

Esta prueba la realizo en la Calificación de Operación (OQ) y Desempeño (PQ).

El perfil de temperatura permite conocer y evaluar la efectividad de trabajo del equipo, según los parámetros del fabricante y los establecidos para su uso.

Para la calificación OQ realizo el estudio a cámara vacía para verificar el cumplimiento de las especificaciones de fabricante, en cada corrida de calificación PQ introduzco un patrón de carga correspondiente a las necesidades del usuario; esto me permite evaluar la distribución, estabilidad y uniformidad de temperatura dentro de la cámara.

Configuración del picolog para las corridas de temperatura

Debo procurar respetar el formato de cada uno de los instrumentos utilizados, en este caso se debe tener en cuenta nombrar correctamente el sensor, ajustar correctamente la resolución y colocar los ajustes de cada uno (de contar con ellos).

✓ RTD

Nombre: ISL-RTD-00

Resolución: 0.01

✓ Termopares

Nombre: ISL-TCT-00

Resolución: 0.1

Revisar la tabla de corrección antes de correr el registro de la corrida.

Como guardar los archivos de las corridas de temperatura

Donde guardo los archivos:

1. En el escritorio de cada equipo crear una carpeta con el nombre y año del cliente. Ejemplo: "Quincharme 2013".
2. Crear una subcarpeta con el ID de equipo.
3. Guardar dentro las corridas.

Como nombro los archivos:

- ✓ Se deberá nombrar cada archivo de la siguiente manera: tipo de servicio_ ID_año.
Ejemplos: Vi_EQ03.009_2012, OQ_EQ03.009_2012, PQ_EQ03.009_2012.

4.4. Capacitación

En esta empresa tenemos un plan de capacitación anual cuyos objetivos son los siguientes:

- Mantener actualizado y en constante crecimiento el conocimiento del personal de ISL, su activo más importante. Documentarlo, sistematizarlo e incrementarlo para que el personal de la empresa pueda acceder a él y enriquecerlo con su trabajo diario. Capacitar al personal en el manejo de nuevos procedimientos.
- Dotar de elementos necesarios para que los nuevos elementos cubran la curva de aprendizaje rápidamente y que los operativos puedan generar servicios de más valor y satisfacción al cliente.

Los dos años pasados tome todos los cursos del plan de capacitación anual 2014 y 2015 como participante, aprobando todos los exámenes que realizan al terminar cada curso.

Este año 2016 ya participé en el plan de capacitación anual como ponente, impartiendo en el mes de marzo el curso de metrología “Funcionamiento, Uso y Calibración de termopares”. Teniendo programado para el mes de junio impartir el curso de mantenimiento “Mantenimiento a Cámaras Climáticas” y para el mes de octubre el curso de metrología “Calibración de termohigrometros. Dicha planeación está sujeta a cambios a consideración del gerente de servicio.

A continuación muestro los planes anuales de capacitación 2014 y 2015 los cuales curse en su totalidad.

Plan Anual de capacitación 2014

NOMBRE DEL CURSO	RESPONSABLE	FECHA
Análisis de resultados, 2013.	Víctor M. Pulido	03-10-2014
Seguimiento y estrategias de venta.	Víctor M. Pulido	10-10-2014
Implantación del sistema de gestión de la calidad para laboratorios	Ileana Ramírez	17-10-2014
Manual de inducción	Carlos R. Acevedo	24-10-2014
Refrigeración comercial	Ileana Ramírez	31-10-2014 07-11-2014
Calibración y estimación de la incertidumbre	J. Alonso Mena	14-11-2014
Calificación IQ, OQ, PQ	Ileana Ramírez	21-11-2014
Termometría de resistencia de platino	Carlos R. Acevedo	28-11-2014 05-12-2014
Termometría del termopar	J. Alonso Mena	12-11-2014 19-11-2014

Plan Anual de capacitación 2015

NOMBRE DEL CURSO	RESPONSABLE	FECHA
Análisis de resultados, 2014.	Víctor M. Pulido	23-01-2015
Seguimiento y estrategias de venta.	Víctor M. Pulido	20-02-2015
Servicio General	Nazul Pérez Campillo	27-03-2015
Actualización Calificaciones IQ,OQ,PQ	Ileana Ramírez	24-04-2015
Refrigeración Industrial	Ileana Ramírez	08-05-2015 29-05-2015
Binder	Nazul Pérez Campillo	26-06-2015 24-07-2015
Autoclaves	Carlos R. Acevedo	21-08-2015
Potenciómetros de pH	Carlos R. Acevedo	16-10-2015
Campanas de Extracción y Flujo Laminar	Nazul Pérez Campillo	06-11-2015 14-12-2015

5. Análisis de Resultados

Como resultado de estar laborando en Intelligent Services for Laboratories S.A. de C.V. la empresa ha crecido aproximadamente en un 20% anual, ya que de mi dependen aproximadamente el 40% de los servicios realizados.

Lo que implica que el cliente queda satisfecho con el servicio brindado y como consecuencia nos solicitan mas servicios para equipos nuevos o nos recomiendan con colegas que se transforman en clientes nuevos.

Se han ido modificando los procedimientos para la realización de los servicios brindados con la finalidad de hacerlos mas óptimos y eficientes gracias a una capacitación continua de todo el personal de la empresa.

Se esta ampliando nuestra cartera de servicios capacitándome para brindar mantenimiento, calibración y calificación a equipos nuevos que antes no se les daba servicio, como por ejemplo las campanas de extracción, de flujo laminar etc.

Se esta organizando la documentación necesaria y analizando las áreas de oportunidad para lograr una certificación como laboratorio acreditado ante las instituciones de metrología.

6. Conclusiones

Finalmente puedo concluir que laborar en esta empresa ha sido un gran reto, pues cuando entre como becario desconocía incluso la existencia de muchos de los equipos en los que ahora soy especialista en su mantenimiento y reparación. Esto fue posible gracias a las bases teóricas que adquirí durante el estudio de mi carrera profesional en la Facultad de Ingeniería, como por ejemplo los conocimientos adquiridos en las materias de instrumentación, control, probabilidad y estadística, electricidad y magnetismo, electrónica básica, circuitos digitales, análisis de circuitos y muchas otras mas en menor medida.

Así mismo indudablemente me hicieron falta conocimientos sobre las normas industriales de calidad y en fabricación de medicamentos, conocimientos generales de la industria farmacéutica y sobre existencia y uso de diferentes equipos que se utilizan en la fabricación de medicamentos.

Además de aprender el funcionamiento y como dar mantenimiento a equipos de laboratorio farmacéutico, he desarrollado habilidades en otras áreas como manejo de software nuevo, trato con el cliente, procedimientos administrativos desde la generación de una cotización hasta el cobro de la factura del servicio realizado.

La experiencia obtenida dentro de esta empresa me ha permitido crecer mucho profesionalmente y personalmente ya que el trato con ingenieros experimentados en el tema me ha hecho aprender mucho de estas personas, y también me ha dado la habilidad de poder tratar con profesionistas de otras áreas como químicos, biólogos, personal de mantenimiento etc. que son los responsables de los equipos a los que les doy servicio y es con los que se tiene contacto durante las jornadas laborales.

Todas las habilidades adquiridas durante mi paso por la facultad y las nuevas adquiridas durante el desempeño de actividades profesionales en la industria farmacéutica han tenido un impacto positivo para mi como profesionista, para la empresa en la que trabajo y también para los clientes a los que les prestamos servicios, ya que gracias a estas habilidades se ha generado un triangulo de crecimiento entre los clientes la empresa y yo en el cual yo eh adquirido experiencia laboral, la empresa ha aumentado su rendimiento y productividad, y los clientes tiene todos su equipos en optimo rendimiento y funcionamiento gracias a las actividades profesionales que realizo para ellos.