

INDICE

	<u>Página</u>
1. OBJETO	1
2. DESCRIPCIÓN	2
2.1 Control de documentación UNE EN ISO/IEC 17025 Apdo. 4.3.....	2
2.2 Revisión de solicitudes ofertas y contratos UNE EN ISO/IEC 17025 Apdo. 4.4	2
2.3 Métodos de ensayo y calibración y validación de métodos UNE EN ISO/IEC 17025 Apdo. 5.4	2
2.4 Informe de resultados UNE EN ISO/IEC 17025 Apdo. 5.10	4
3. ALCANCES DE ACREDITACIÓN	4
4. REFERENCIAS	7
ANEXO I: CONTENIDO DE LOS INFORMES DE CARACTERIZACIÓN DE AUTOCLAVES	

1. OBJETO

El objeto de la presente Nota Técnica es establecer los aspectos técnicos a tener en cuenta en la caracterización de medios isotermos bajo acreditación. También puede servir de guía para la realización de caracterizaciones internas de los medios isotermos propios de los laboratorios de ensayo y calibración.

Los requisitos de caracterización de estos equipos e instalaciones varían, dependiendo de las condiciones de uso para las que están destinados. El alcance y contenido de los trabajos a realizar (y por tanto su coste) puede variar enormemente y tener una validez limitada en cada caso.

Esta nota es de aplicación para la caracterización de los siguientes medios isotermos:

- Autoclaves de esterilización
- Autoclaves distintos de esterilización
- Baños de temperatura controlada
- Calibradores de bloque seco
- Cámaras Climáticas
- Congeladores (Incluye equipos como: arcones congeladores...)
- Cuerpos negros
- Digestores
- Estufas
- Estufas de vacío
- Hornos
- Incubadores
- Instalaciones térmicas (Por ejemplo instalaciones aeronáuticas, frigoríficas, de tratamiento de madera...)
- Muflas
- Refrigeradores (Incluye, entre otros, equipos como: neveras, arcones conservadores...)
- Salas Climatizadas
- Termocicladores

2. DESCRIPCIÓN

Todos los laboratorios que incluyan las caracterizaciones de medios isotermos dentro de su alcance de acreditación, deberán utilizar procedimientos técnicos adecuados y deben tener en cuenta todos los aspectos descritos en la presente nota técnica.

2.1 Control de documentación UNE EN ISO/IEC 17025 Apdo. 4.3

El laboratorio deberá establecer y mantener procedimientos para controlar los documentos externos tales como normas o legislación vigente aplicable (por ejemplo: caso de autoclaves)

2.2 Revisión de solicitudes ofertas y contratos UNE EN ISO/IEC 17025 Apdo. 4.4

El laboratorio deberá acordar con su cliente y documentar el alcance de la caracterización requerida: duración del ensayo (estabilización previa y tiempo de registro en cada punto de consigna) parámetros y elementos objeto de caracterización (estabilidad temporal, uniformidad, indicación, etc...), las condiciones de carga (que deberían ser representativas de los volúmenes y masas procesados en su uso habitual), su configuración, la elección de ciclos de trabajo, etc...

El laboratorio deberá prestar especial atención a esta etapa para asegurarse de que dispone de la información, accesorios y apoyos necesarios para la correcta realización de los trabajos. Así por ejemplo, deberá conocer las características técnicas de los equipos, volumen, vacío, tipos de racores, bridas y accesos. Las operaciones de carga es recomendable que las realice el cliente bajo su responsabilidad y en particular, en el caso de autoclaves, se recomienda que dichas operaciones sean realizadas por personal del propio cliente, por lo que estos aspectos deberán ser tenidos en cuenta en el proceso de revisión del contrato.

2.3 Métodos de ensayo y calibración y validación de métodos UNE EN ISO/IEC 17025 Apdo. 5.4

Dado el carácter consensuado y la difusión de las normas nacionales o internacionales y los documentos sectoriales comúnmente aceptados, es recomendable su utilización frente a los procedimientos internos desarrollados por el propio laboratorio. En el apartado 4 pueden encontrarse algunas referencias.

2.3.1 Parámetros a caracterizar:

Dada la gran variedad de medios que es posible caracterizar, el método utilizado deberá recoger sus limitaciones tales como volúmenes máximos, márgenes de temperatura o humedad, límites de presión o necesidades de tamaño de acceso.

Los posibles parámetros a caracterizar dependerán del tipo de medio isoterma y de la utilización del mismo. A continuación se relacionan algunos de los más habituales:

- *Estabilidad (temperatura o humedad)*
- *Uniformidad /gradiente (temperatura o humedad)*
- *Indicación (temperatura o humedad)*
- *Otros parámetros temporales, por ejemplo: Inercia térmica, tiempo de recuperación, tiempo de transferencia o decrecimiento térmico y en autoclaves: tiempos de esterilización, mantenimiento y equilibrio.*

2.3.2 Factores a considerar:

El laboratorio deberá utilizar procedimientos técnicamente adecuados que tengan en cuenta los aspectos que afectan a la validez de los resultados y a la estimación de su incertidumbre. A continuación se citan algunos aspectos relacionados con el propio medio isoterma, la instrumentación y el método a utilizar para su caracterización:

- *Uniformidad de temperatura:* Dentro de la zona útil, algunas zonas permanecerán más calientes o frías que el valor deseado, debido a gradientes de temperatura.
- *Estabilidad de temperatura:* Fluctuaciones temporales de la temperatura. Pueden ser diferentes en distintas zonas del recinto y en general serán menores que la uniformidad.
- *Uniformidad de humedad:* El contenido de agua en el aire puede variar en distintas zonas de la cámara, en especial donde se pierde o aporta vapor de agua (p.ej. fugas o charcos).
- *Estabilidad de humedad:* El contenido de agua en el aire puede variar en función del tiempo (p. ej. debido al método de humectación).
- *Instrumentación:* El tipo, número y ubicación de los sensores se establecerá teniendo en cuenta las características del medio y su carga.
- *La incertidumbre de la instrumentación utilizada:* Incertidumbre de calibración, no-linealidad de los sensores, resolución, respuesta de los sensores a un cambio de temperatura o humedad, aplicabilidad de la calibración, deriva, errores no corregidos, repetibilidad, etc.
- *Diferencia entre las condiciones de calibración y de uso.* Por ejemplo sensores de temperatura calibrados en líquido y usados en aire; medidores utilizados en condiciones ambientales distintas a las de calibración.
- Efectos de carga.
- Efectos de radiación.
- Condiciones ambientales externas al medio caracterizado.
- El efecto de la temperatura sobre la humedad relativa (por ejemplo cargas con disipación térmica).
- El efecto de la presión sobre la temperatura (en autoclaves)
- Configuración y parámetros establecidos en el medio isoterma a calibrar.
- Efectos debidos a la lectura de la indicación del control del recinto (resolución, estabilidad...)

En el caso particular de los calibradores de temperatura de bloque seco, deberán contemplar además los aspectos recogidos en [10].

En el caso particular de las instalaciones para el tratamiento térmico de la madera incluidas en la Orden AAA/458/2013 de 11 de marzo [1], deberán tenerse en cuenta los requisitos exigidos en el protocolo para la realización de los estudios de caracterización vinculado a dicha orden, especialmente en lo referido a carga tiempo y frecuencia de registro, disposición de los sensores y valores mínimos de temperatura.

En general, para los autoclaves se deberán tener en cuenta las especificaciones legales aplicables (por ejemplo la existencia e integridad de precintos y dispositivos de seguridad, etc.).

2.4 Informe de resultados UNE EN ISO/IEC 17025 Apdo. 5.10

Además de los requisitos generales para informes de resultados recogidos en la norma UNE EN ISO/IEC 17025 y el documento CEA-ENAC-01, los informes incluirán la siguiente información para facilitar la correcta interpretación y utilización de los resultados:

- Detalles de los parámetros de funcionamiento seleccionados: Programa de ciclo, temperatura, tiempo de venteo, refrigeración, estado de la rejilla de ventilación (abierta o cerrada) etc...
- Configuración del equipo: Por ejemplo parámetros de los controladores.
- Características y ubicación de la carga: Descripción de la carga y su localización incluyendo los valores nominales aplicables al proceso (por ejemplo: volumen, masa, superficie, disipación...)
- Definición de la zona útil caracterizada y ubicación de los sensores: Se describirá y cuantificará, preferentemente mediante un diagrama, la zona útil y la ubicación de cada uno de los sensores.
- Resultados e incertidumbres:

Se suministrarán los resultados numéricos¹ necesarios para cada uno de los sensores convenientemente identificados. Los resultados deberán indicar la dependencia temporal de los mismos durante todo el proceso del ciclo de forma que el periodo caracterizado esté claramente identificado dentro del ciclo completo del ensayo, incluyendo los periodos de estabilización previos, por ejemplo mediante gráfico.

Cuando el tratamiento de los resultados individuales de uno o más sensores se emplee en la determinación de otro parámetro (como estabilidad o uniformidad), se deberá definir dicho parámetro y el método de cálculo empleado ya que pueden haber varias posibilidades. Por ejemplo la uniformidad en temperatura puede entenderse como la diferencia entre los valores extremos de temperatura con respecto a la temperatura media registrada o bien con respecto a la media de uno de los sensores. Es recomendable que la definición de los parámetros quede acordada en la revisión del contrato.

Cuando el resultado de la caracterización incluya el estudio de indicación, la incertidumbre asignada a dicho estudio deberá incluir la componente debida a la estabilidad y uniformidad de la zona útil caracterizada.

Así mismo, se indicará la incertidumbre expandida asignada a los resultados suministrados.

3. ALCANCES DE ACREDITACIÓN

El Laboratorio deberá demostrar experiencia en la caracterización de todas las familias de medios isotermos, que incluya en su alcance de acreditación.

A continuación se incluyen ejemplos de alcances de acreditación:

¹ Se considera que como mínimo deberán incluirse los valores máximos, mínimos, media y desviación típica de cada uno de los sensores utilizados en el periodo caracterizado.

INSTALACIONES TÉRMICAS Thermal facilities	
<u>Estudio de estabilidad de temperatura</u> 100 °C a 1000 °C (<i>Incertidumbre: ± 0,25 °C</i>) <u>Estudio de uniformidad de temperatura</u> 100 °C a < 375 °C (<i>Incertidumbre: ± 1,9 °C</i>) 375 °C a < 410 °C (<i>Incertidumbre: ± 2,0 °C</i>) 410 °C a < 535 °C (<i>Incertidumbre: ± 2,7 °C</i>) 535 °C a 1000 °C (<i>Incertidumbre: ± 4,8 °C</i>) <u>Medida de tiempo de recuperación</u> <u>Inercia térmica</u> 100 °C a 1000 °C	Procedimiento Interno XXX Especificación CASA-1036 Ed. 3 Apartado 3.5 (excepto 3.5.5.2.) <i>NOTA: Las incertidumbres corresponden a la capacidad óptima para medidas realizadas sin carga.</i>
INSTALACIONES TÉRMICAS Thermal facilities	
<u>Estudio de estabilidad de temperatura:</u> - 196 °C a 130 °C (<i>Incertidumbre: ± 0,10 °C</i>) > 130 °C a 1100 °C (<i>Incertidumbre: ± 0,20 °C</i>) <u>Estudio de uniformidad de temperatura:</u> - 196 °C a 130 °C (<i>Incertidumbre: ± 0,40 °C</i>) > 130 °C a 550 °C (<i>Incertidumbre: ± 1,0 °C</i>) > 550 °C a 1100 °C (<i>Incertidumbre: ± 2,0 °C</i>) <u>Estudio de indicación de temperatura:</u> - 196 °C a 130 °C (<i>Incertidumbre: ± 0,60 °C</i>) > 130 °C a 550 °C (<i>Incertidumbre: ± 1,5 °C</i>) > 550 °C a 1100 °C (<i>Incertidumbre: ± 3,0 °C</i>) <u>Prueba de estabilidad</u> <u>Medida de lapso de uniformidad</u> <u>Comprobación de la inercia térmica</u> <u>Medida del tiempo de recuperación</u> <u>Medidas del tiempo de transferencia y del decremento térmico</u> <u>Prueba de radiación</u> - 196 °C a 1100 °C	Procedimiento Interno XXX AMS 2750 E <i>NOTA: Las incertidumbres corresponden a la capacidad óptima para medidas realizadas sin carga.</i>
AUTOCLAVES DE ESTERILIZACIÓN POR VAPOR (Presión absoluta: atm. a 0,3 MPa) Steams sterilizers (Absolute pressure: from atmospheric to 0,3 MPa)	
<u>Estudio de estabilidad de temperatura:</u> 20 °C a 150 °C (<i>Incertidumbre: ± 0,10 °C</i>) <u>Estudio de uniformidad de temperatura:</u> 20 °C a 150 °C (<i>Incertidumbre: ± 0,20 °C</i>) <u>Estudio de indicación de temperatura:</u> 20 °C a 150 °C (<i>Incertidumbre: ± 0,40 °C</i>)	Procedimiento interno XXX <i>NOTA: Las incertidumbres corresponden a la capacidad óptima para medidas realizadas sin carga.</i>

<p>AUTOCLAVES DISTINTOS DE LOS DE ESTERILIZACION (Presión absoluta: atm. a 0,5 MPa) Autoclaves different from sterilizers (Absolute pressure: from atmospheric to 0,5 MPa)</p>	
<p><u>Estudio de estabilidad de temperatura:</u> 100 °C a 130 °C (Incertidumbre: 0,10 °C) > 130 °C a 550 °C (Incertidumbre: 0,30 °C)</p> <p><u>Estudio de uniformidad de temperatura:</u> 100 °C a 130 °C (Incertidumbre: 0,20 °C) > 130 °C a 550 °C (Incertidumbre: 0,80 °C)</p> <p><u>Estudio de indicación de temperatura:</u> 100 °C a 130 °C (Incertidumbre: 0,40 °C) > 130 °C a 550 °C (Incertidumbre: 1,2 °C)</p>	<p>Procedimiento interno XXX</p> <p>NOTA: Las incertidumbres corresponden a la capacidad óptima para medidas realizadas sin carga.</p>
<p>INSTALACIONES PARA EL TRATAMIENTO TÉRMICO DE LA MADERA Facilities for heat treatment of wood</p>	
<p><u>Estudio de estabilidad de temperatura:</u> 0 °C a 150 °C (Incertidumbre \pm 0,20 °C)</p> <p><u>Estudio de uniformidad de temperatura:</u> 0 °C a 150 °C (Incertidumbre \pm 0,70 °C)</p> <p><u>Estudio de indicación de temperatura:</u> 0 °C a 150 °C (Incertidumbre \pm 1,0 °C)</p> <p><u>Tratamiento térmico (HT)</u> <u>Determinación de la temperatura mínima alcanzada durante el periodo de tratamiento.</u> 0 °C a 90 °C (Incertidumbre: \pm 0,40 °C)</p>	<p>Procedimiento interno XXX</p> <p>Especificación NIMF15 (2009)</p> <p>Orden AAA/4582013 de 11 de marzo</p> <p>NOTA: Las incertidumbres corresponden a la capacidad óptima para medidas realizadas con carga.</p>

4. REFERENCIAS

- [1] Ministerio de Agricultura, Alimentación y Medio Ambiente: Secretaría de Agricultura y Alimentación, Dirección General de Sanidad de la Producción Agraria: Protocolo para la realización de los estudios de caracterización de las cámaras de tratamiento térmico en el ámbito de la "Orden AAA/458/2013 de 11 de marzo por la que se establece la norma técnica fitosanitaria que deben cumplir los embalajes de madera y se regula el régimen de autorización y registro de los operadores de embalajes de madera".
- [2] IEC 60068-3-5: 2001 "Environmental testing - Part 3-5: Supporting documentation and guidance - Confirmation of the performance of temperature chambers "
- [3] IEC 60068-3-6: 2001 "Environmental testing - Part 3-6: Supporting documentation and guidance - Confirmation of the performance of temperature/humidity chambers"
- [4] IEC 60068-3-7: 2001 "Environmental testing - Part 3-7: Supporting documentation and guidance - Measurements in temperature chambers for tests A and B (with load)"
- [5] UNE-EN 61010-2-041: 1997 "Requisitos de seguridad de equipos eléctricos de medida, control y uso en laboratorio. Parte 2-041: Requisitos particulares para autoclaves que utilizan vapor para el tratamiento de materiales de uso médico y en procesos de laboratorio."
- [6] UNE-EN ISO 11135-1:2007 "Esterilización de productos sanitarios. Óxido de etileno. Parte 1: Requisitos para el desarrollo, la validación y el control de rutina de un proceso de esterilización para productos sanitarios"

- [7] UNE-EN ISO 17665-1:2007 "Esterilización de productos sanitarios. Calor húmedo. Parte 1: Requisitos para el desarrollo, validación y control de rutina de un proceso de esterilización para productos sanitarios".
- [8] UNE-EN 285:2007+A2:2009 "Esterilización. Esterilizadores de vapor. Esterilizadores grandes."
- [9] UNE-EN 12347:1998 "Biotecnología. Criterios de clasificación para los esterilizadores de vapor de agua y de los autoclaves según sus características funcionales. "
- [10] EURAMET CG-13 v.2 (03/2011) "Guidelines on the Calibration of Temperature Block Calibrators".
- [11] EURAMET CG-20 v.3 (03/2011) "Calibration of Climatic Chambers. Guidance for Calibration Laboratories".
- [12] DIN 8966:1993 "Temperature measurement of the air in refrigerated display cabinets and commercial refrigerated storage cabinets"
- [13] DIN 12880:2007 "Electrical laboratory devices - Heating ovens and incubators"
- [14] NF X 15-140:2013 " Mesure de l'humidité de l'air - Enceintes climatiques et thermostatiques - Caractérisation et vérification ".
- [15] Guideline DKD-R 5-7 Ed. 07/2004 "Calibration of climatic chambers".
- [16] NIST Standard Reference Database 69: NIST Chemistry WebBook (<http://webbook.nist.gov/>)
- [17] Wagner, W.; Pruss, A., "The IAPWS formulation 1995 for the thermodynamic properties of ordinary water substance for general and scientific use", J. Phys. Chem. Ref. Data, 2002, 31, 2, 387-535
- [18] "A guide for to calculating the uncertainty of the performance of environmental chambers", Society of Environmental Engineers. Environmental engineering, ISSN 0954-5824, Vol. 11, Nº 3, 1998 , págs. 8-9.
- [19] Documento del Subcomité Técnico de Calibración de ENAC nº 11 (Temperatura y humedad) "Listado: Incertidumbres en las calibraciones de Temperatura y Humedad y en las Caracterizaciones de Medios Isotermos" Ed.5, Noviembre 2011.
- [20] CASA-1036 "Clasificación de las instalaciones térmicas. Pirometría" edición 3 de 10/05/2013.
- [21] CASA-1317 "Cualificación de autoclaves" edición. 2 de fecha 26/11/2012.
- [22] SAE Aerospace AMS 2750 E "Pirometry" .:
- [23] I+D-P-233 "Fabricación de estructuras con materiales compuestos de fibra de carbono (Laminados y "sandwich") revisión3 de fecha 10/12/2012.

"El presente documento se distribuye como copia no controlada. Puede consultar su revisión en la página web de ENAC, en el apartado "documentos" o internamente en red".

CONTENIDO DE LOS INFORMES DE CARACTERIZACIÓN DE AUTOCLAVES

A1.1. Contenido común para los informes de caracterización de autoclaves

Los informes de resultados de caracterización de autoclaves deberán, en cualquier caso, cumplir lo establecido en la norma UNE-EN ISO/IEC 17025 en sus apartados correspondientes a los informes y certificados de calibración, además de los siguientes aspectos:

- Identificación inequívoca del autoclave, incluyendo la identificación de todos los instrumentos significativos (siempre que sea posible), por ejemplo:
 - o Lazo de medida de presión
 - o Lazo de medida y control de temperatura
- Definiciones: Se deberán describir los distintos parámetros caracterizados y su método de cálculo.
- Condiciones ambientales: Deberán especificarse debido a su influencia en los propios elementos de control y registro del autoclave, y para posibilitar la reproducibilidad de la calibración en idénticas condiciones del ensayo.
- Condiciones del ensayo:
 - o Describir el tipo de programa (por ejemplo: “programa 1, sólidos, 121 °C, 15 minutos”, “temperatura de consigna, tiempo de subida, tiempo de estabilización, presión”) del autoclave durante el ensayo. Dicho programa será el especificado por el cliente y sobre el que no se realizará ninguna modificación.
 - o Indicar si se ha hecho con carga o no. En el caso de realizar el ensayo con carga, esta debe ser descrita: material, volumen y/o masa, distribución.
 - o Distribución, número y tipo de sensores utilizados (por ejemplo mediante esquema o cotas dimensionales). Descripción de la forma de medición: sensores al aire o en penetración. En el caso de que sea en penetración, describir su colocación (por ejemplo sensores introducidos en algún útil para modificar los tiempos de respuesta de los sensores, sensores introducidos en la carga, etc.)
 - o Ubicación del punto de medición de referencia e indicación de la disposición del sensor de medida (al aire o en penetración).
 - o Descripción de la zona útil (por ejemplo mediante esquema y/o cotas dimensionales) y su acceso (p.e. mediante pasamuros).
 - o Intervalo de tiempo de muestreo.
 - o Condiciones previas al ensayo de medida (si aplica), por ejemplo: temperatura de partida, ciclos previos, etc.
- Resultados de medida:
 - o Indicar el número de ciclos realizados con el autoclave. En el caso de realizar más de un ciclo se darán los resultados obtenidos en cada uno de ellos.
 - o Deberá identificarse el fluido utilizado (aire, nitrógeno, vapor de agua).

Los resultados de medida, dependiendo del tipo de autoclave, deberán incluir además la información que se describe en los siguientes apartados (salvo que se haya acordado con el cliente indicar otra información):

A1. 2. Contenido específico de los informes de autoclaves de esterilización por vapor de agua

- Tiempo de equilibrio.
- Tiempo de continuidad de temperaturas (o exposición).
- Temperatura media (estudio de indicación) durante el tiempo de continuidad de temperaturas y su incertidumbre asociada.
- Temperaturas máximas y mínimas de cada sensor durante el tiempo de continuidad de temperaturas y su incertidumbre asociada.
- Presión media medida durante el tiempo de continuidad de temperaturas y su incertidumbre asociada.

ANEXO I

- Se considera que la incertidumbre en la medida de tiempo, al ser en este caso una medida relativa es despreciable.

A1. 3. Contenido específico de los informes de otros autoclaves industriales

Autoclaves para el procesamiento de materiales compuestos empleados en Aeronáutica (ver referencias [20-22] en el apartado 4):

- Fecha y hora de realización de la prueba.
- Lecturas observadas del instrumento de control (incluyendo las del indicador de seguridad si lo hubiere) o registro de la Instalación Térmica (§)
- Lecturas observadas del patrón (§)
- Diferencia calculada de la precisión del sistema (corrección o desviación si así lo pide la norma).
- Temperaturas de Ensayo.
- Perfil de datos de tiempo y temperatura que muestre los sensores de Ensayo de Uniformidad de Temperatura (EUT) y los sensores de control o medida en todas las zonas verificadas.
- Parámetros de configuración del instrumento de control (a nivel usuario).
- Diagramas de los sensores de control y registro, carga y posiciones de los sensores de EUT en el espacio tridimensional.
- Presión Nominal de Funcionamiento durante el EUT.
- Frecuencia o período de registro de los sensores

Los parámetros señalados con (§) se indicaran siempre que el análisis de los datos corresponda a los criterios de la especificación o norma, si aplica.