



**UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
ZARAGOZA**



**“ELABORACIÓN DE PNO’S, PARA LA VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN
DE MATERIAL VOLUMÉTRICO DE VIDRIO, POR EL MÉTODO GRAVIMÉTRICO”**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE QUÍMICO FARMACÉUTICO BIÓLOGO

**PRESENTA:
EDSON BECERRA AMAYA**

**DIRECTORA DE TESIS:
M. en F. IDALIA LETICIA FLORES GÓMEZ**

**ASESOR DE TESIS:
QFB. SILVERIO ABUNDIS PAZ**



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	
1.0 FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA	2
1.1 Vidrio	2
1.1.1 Fabricación del vidrio	3
1.1.2 Vidrio de Sílice (Fabricación).....	7
1.2 Propiedades Físicas y Químicas de los vidrios	9
1.2.1 Vidrio de Borosilicato (Pyrex).....	10
2.0 MATERIAL VOLUMETRICO	18
2.1 Clasificación de material Volumétrico según precisión y exactitud	18
2.2 Clasificación de material volumétrico según su uso	18
2.2.1 Reglas para el uso de material volumétrico en el Laboratorio.....	22
2.2.2 Limpieza y Cuidados del material volumétrico.....	23
3.0 CALIBRACIÓN	26
3.1 Jerarquía de Calibración	27
3.2 Importancia de la Calibración en el área de producción	30
3.3 Trazabilidad Metrológica	33
3.4 Verificación de la calibración	36
3.4.1 Verificaciones Intermedias.....	37
3.4.2 Proceso de Confirmación Metrológica.....	38
4.0 MÉTODO GRAVIMÉTRICO	40

	Pág.
5.0 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	42
6.0 OBJETIVO GENERAL.....	43
7.0 METODOLOGÍA.....	43
7.1 Revisión Bibliográfica.....	43
7.2 Diagrama de Flujo.....	44
8.0 RESULTADOS.....	45
8.1 PNO de Verificación de Calibración de Matraces Volumétrico.....	45
8.2 PNO de Verificación de Calibración de Buretas y Pipetas.....	55
8.3 PNO de Verificación de Calibración de Probetas y Vasos de precipitados.....	64
9.0 ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	72
10.0 CONCLUSIÓN.....	75
11.0 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	76
12.0 ANEXO.....	81
12.1 Formulario.....	81
12.2 Fuentes de Incertidumbre.....	84

INTRODUCCIÓN

En la actualidad los sistemas de calidad basados en normas específicas han sido adoptados por distintas organizaciones, todas en busca del mismo objetivo: alcanzar un nivel de calidad de clase mundial por lo que pueden ser implantados en cualquier modelo de organización pública o privada, instituciones pedagógicas o empresas industriales, colocándose así a la vanguardia de las exigencias globales de calidad y competitividad.

El aumento de la productividad proviene de la evaluación inicial y de las mejoras, que tienen lugar durante el proceso de su implementación, así como de la mejoría en la capacitación y las aptitudes del personal. Una mejor documentación o control de los procesos proporciona consistencia en el funcionamiento, menos desperdicio sin necesidad de corregir el trabajo. Para efectos de la aplicación de la norma como “aseguramiento de la calidad” se consideran todas aquellas actividades sistemáticas planeadas dentro del sistema de gestión, demostradas como necesarias y que proporcionan una confianza adecuada para que un laboratorio satisfaga sus requisitos de la calidad, de tal forma que es una herramienta administrativa que nos asegura que los resultados emitidos por el laboratorio son científicamente válidos y defendibles. En el control de la calidad, se consideran todas aquellas técnicas operacionales y actividades específicas que son usadas para satisfacer los requisitos de calidad, que brinden o proporcionen un alto grado de veracidad la cual incluye procedimientos específicos usados para estimar la calidad de los datos de un ensayo o calibración determinando las necesidades de acciones correctivas, como respuesta a la detección de deficiencias en el proceso u/o análisis.

Si bien la calibración debería ser realizada por convicción debido a que su ejecución aporta valor al sistema de calidad, la principal motivación para realizar la calibración suele ser, mas como requerimiento normativo o legal. En ambos casos debe ser una operación planificada y sus resultados deben ser verificados conformes a un criterio de aceptación/rechazo preestablecido. Esto se logra a través de criterios uniformes y consistentes respaldados por Instituciones como Centro Nacional de Metrología (CENAM). Es necesario demostrar la trazabilidad y la estimación de la incertidumbre. La inspección continua y la aplicación permanente de las condiciones, así como la evaluación de la calidad a fin de asegurar que se cumpla con las normas establecidas.

Uno de los principales retos es la implementación, así como la mejora continua de métodos, dentro de la industria farmacéutica.

Actualmente los estándares de calidad requieren de la implementación de programas de calibración y verificación de la calibración de los instrumentos utilizados para la validación de material de referencia certificado, en la validación de métodos analíticos, pruebas, análisis, en la preparación de soluciones y reactivos. La **calibración del material volumétrico** influye y se ve reflejada directa y principalmente en la confiabilidad del resultado, determinado por el grado de incertidumbre.

La finalidad de este trabajo es dar a conocer y proporcionar un método de verificación de calibración útil y sencillo que cumpla con las necesidades del trabajo diario en el laboratorio.

1.0 FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

1.1 Vidrio

La palabra vidrio proviene del latín vitreum, se tienen datos del uso del vidrio desde el paleolítico hace 2 millones de años con el uso de las primeras herramientas de obsidianas (vidrio volcánico), los egipcios fabricaban vidrio desde ya hace 3200 años AD. Los primeros vidrios ópticos se comenzaron a fabricar en el siglo XVI, mientras que el vidrio de laboratorio se comenzó a fabricar en el siglo XIX

En 1932 W.H. Zachariasen, publicó *The Atomic Arrangement in Glass*, un artículo clásico que ha sido probablemente el más influyente en la historia del vidrio. En este artículo Zachariasen dio a la comprensión de la estructura del vidrio y su relación con la composición como base científica. Intuitivamente se hablaba de sólidos amorfos, y algo más tarde se afirmaba que un vidrio era un material sólido que tenía la estructura de un líquido.²⁷ El vidrio es un líquido viscoso subenfriado,⁴⁵ o lo que es lo mismo, un fluido con muy alta viscosidad, esta propiedad mide la resistencia que muestran los fluidos a las deformaciones tangenciales, es decir, a fluir. Cuando un material sólido se funde, la mayoría de las veces da lugar a un líquido isotrópico, que es básicamente lo que todos entendemos por “líquido”. Sin embargo, en algunos casos se forma una o más fases intermedias (mesofases), en las que el material presenta un estado intermedio sólido y líquido conocido como estado vítreo. A estos compuestos se les conoce como *Cristales Líquidos*, y aunque tienen apariencia de sólido se deforman elásticamente ante esfuerzos externos.

Los líquidos que forman vidrios son líquidos muy viscosos en el punto de fusión, (aunque existen excepciones), otros líquidos pueden ser subenfriados, de tal modo que no cristalizan y eventualmente no forman vidrios, los líquidos que no forman vidrios tienen viscosidades mucho más pequeñas, de forma que los líquidos que si forman vidrios también fluyen, pero lo hacen tan lentamente que podrían tardar años en hacerlo a temperatura ambiente. No obstante, si los calentamos a altas temperaturas la viscosidad disminuye hasta que pasan a comportarse como verdaderos fluidos. Para darnos una idea de las magnitudes, a 1800°C el vidrio sigue teniendo aspecto sólido y su viscosidad supera los 10^7 poises, mientras que la viscosidad del agua a temperatura ambiente (unos 20°C) es de 0,001 poises.

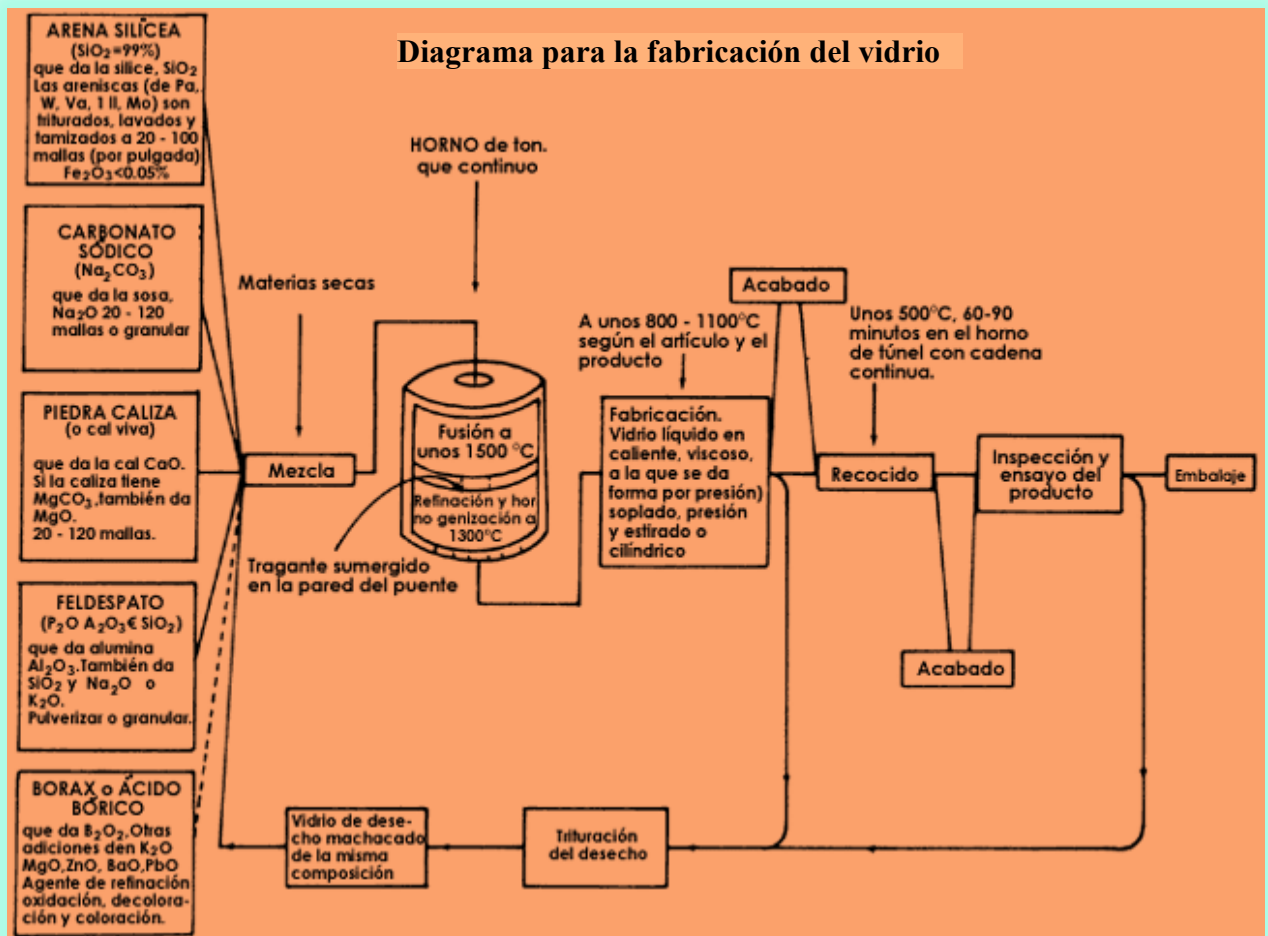
La definición adoptada por la American Society Testing Materias (ASTM) considera que un vidrio es un producto inorgánico fundido que se ha enfriado hasta un estado rígido sin experimentar cristalización. Si únicamente se consideran sus principales propiedades técnicas, el vidrio común puede definirse como un producto inorgánico amorfo, constituido predominantemente por sílice, duro, frágil, y transparente de elevada resistencia química deformable a alta temperatura.

En resumen los vidrios son sustancias termodinámicamente inestables, estructuralmente desordenadas, químicamente complejas y variadas, y tecnológicamente con propiedades y aplicaciones muy diversas.³

1.1.1 Fabricación del vidrio

Es importante destacar que el proceso de fabricación es prácticamente el mismo para todos los tipos de vidrio, lo que cambia de un ejemplar a otro es el material. Todos ellos tienen en mayor o menor proporción átomos de silicio, que es uno de los elementos de la tabla periódica que más se parece al carbono. Esto resulta interesante si pensamos que el carbono es la base fundamental de la vida en nuestro planeta. La razón radica en la gran facilidad que tiene el silicio para formar compuestos con el oxígeno, evitando con esto las largas cadenas que serían equivalentes a las del carbono, y que son importantes en la química de la vida. Es precisamente esta afinidad con el oxígeno lo que lo hace útil e indispensable en la formación del vidrio. El vidrio se hace en un reactor de fusión, en donde se calienta una mezcla que casi siempre consiste en arena silícea (arcillas) y óxidos metálicos secos pulverizados o granulados. En el proceso de la fusión (paso de sólido a líquido) se forma un líquido viscoso y la masa se hace transparente y homogénea a temperaturas mayores a 1000°C. Al sacarlo del reactor, el vidrio adquiere una rigidez que permite darle forma y manipularlo. (La figura 1. Muestra los pasos para la fabricación del vidrio)

Figura 1. Diagrama para la fabricación de vidrio.²⁸



Controlando la temperatura de enfriamiento se evita la desvitrificación o cristalización, durante la vitrificación se produce una considerable contracción, debida a la disminución del tamaño de las partículas y a una reestructuración de las moléculas dentro de la matriz vítrea. Las arcillas son: tipos de tierra y arena de ellas se obtienen los vidrios, a medida que la temperatura de tratamiento de la arcilla aumenta más allá del rojo vivo, se produce un endurecimiento, seguido de una compactación y finalmente de una transformación de la arcilla en vidrio . En la Figura 2, se muestra la clasificación de las arcillas.

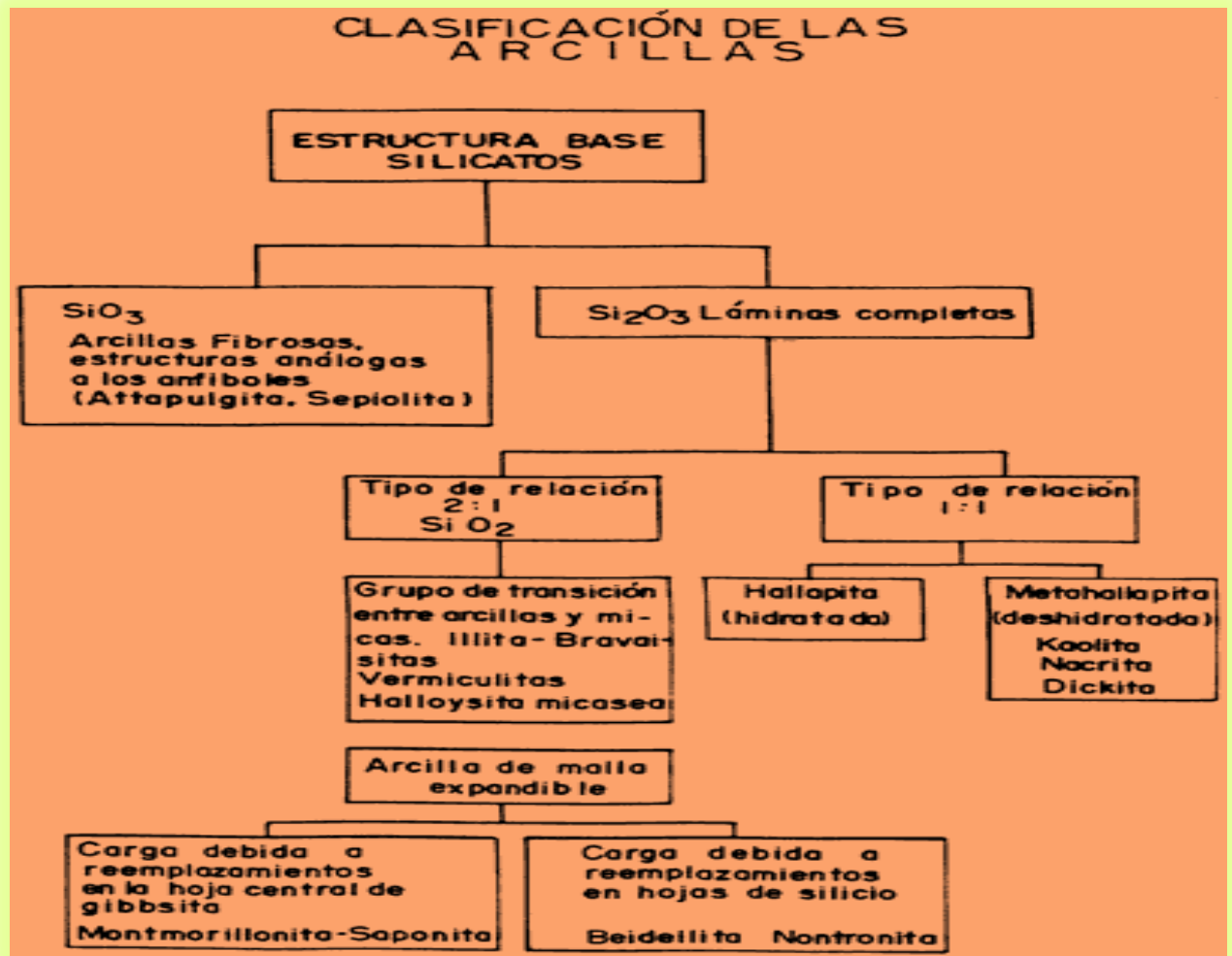


Figura 2. Diagrama de flujo de la clasificación de las arcillas.²⁸

Las arcillas son silicoaluminatos complejos. Las propiedades que les permite hacer todo eso, es debido a que el silicoaluminato es un compuesto hecho con silicio y aluminio, que se forma cuando la sílice modifica su superficie por la interacción con iones aluminato, intercambiando iones $\text{Si}(\text{OH})_4$ por iones $\text{Al}(\text{OH})_4$, como se ilustra en la figura 5. Se pueden intercambiar unos por otros porque son muy parecidos entre sí. El $\text{Al}(\text{OH})_4$ tiene una carga negativa y cuatro grupos OH, igual que el $\text{Si}(\text{OH})_4$. Además, el silicio y el aluminio son de un tamaño similar. Con el tiempo estos compuestos reaccionan y forman sales solubles con los iones alcalinos (Na, Li, y K) y alcalinotérreos (Be, Mg y Ca), cambiando así la estructura de los silicoaluminatos originales.

El aluminio puede estar rodeado por 4 o 6 átomos de oxígeno, y puede tener carga +3 o +4. Imaginemos un silicato donde uno de los átomos de Si^{+4} está sustituido por un ion Al^{+3} . Figura 3.

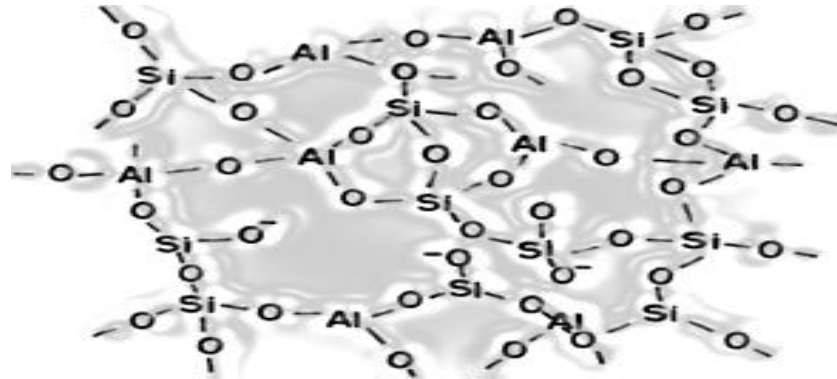


Figura 3. Estructura del silicoaluminato en una arcilla.²⁸

Como la carga global tiene que ser la misma y el silicio tiene cuatro mientras que el aluminio tiene tres, se une un K^{+1} o un Li^{+1} y resuelve el problema. En la figura 4 aparece un dibujo de la estructura de las arcillas con y sin metales. En la figura 4(a) vemos que hay dos tipos de capas.

En la parte de abajo encontramos una capa de silicio, en medio una de aluminio y a continuación otra de silicio, con sus respectivos oxígenos cada una, por supuesto. Es claro que el aluminio cambió la forma de la arcilla. En la figura 4(b) la situación es similar, salvo que en ésta se indica la posición que toman los átomos de potasio (K). Si seguimos buscando diferencias, veremos que en la arcilla que carece de metales (figura 4(a)) aparecen moléculas de agua (H_2O) entre capas de silicio. Por eso se dice que todos estos minerales tienen la propiedad de absorber agua, lo que también contribuye a que las estructuras sean más anchas porque, como se puede ver, la figura 4(a) mide entre 9.6 y 21.4 Å, dependiendo de la cantidad de agua que haya absorbido, mientras que la de la figura 4(b) mide 10 Å. Estos cambios en la estructura de la arcilla son la base de su naturaleza caprichosa.

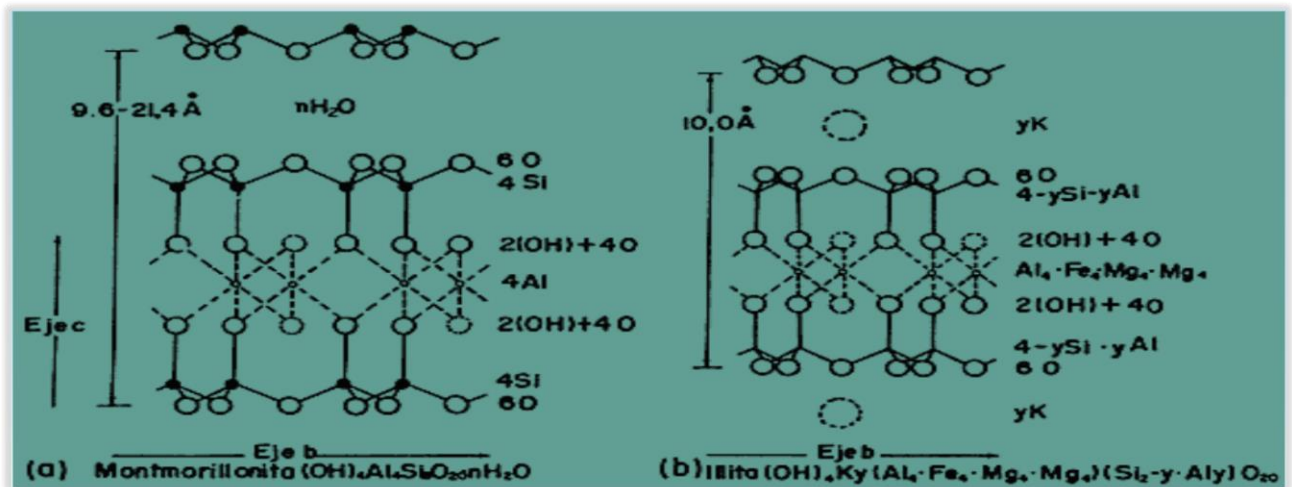


Figura 4. Estructura cristalina de arcillas. a) Sin metales alcalinos (montmorillonita), b) Con metales alcalinos y alcalinotérreos (illita).²⁷

Dado que existe una gran variedad de arcillas con las se hacen los vidrios, y, el vidrio que obtengamos dependerá de la arcilla que escojamos, se necesita conocer muy bien las materias primas. Esto lo saben los señores vidrieros, y por eso han aprendido que la caolinita (Figura 5) es el grupo de minerales de arcilla más sencillo, su estructura básica se compone de átomos de oxígeno ordenados de tal manera que dan lugar a capas alternadas de huecos tetraédricos, que se ocupan por átomos de silicio y aluminio, y huecos octaédricos, ocupados por átomos de aluminio, magnesio, hierro y zinc.

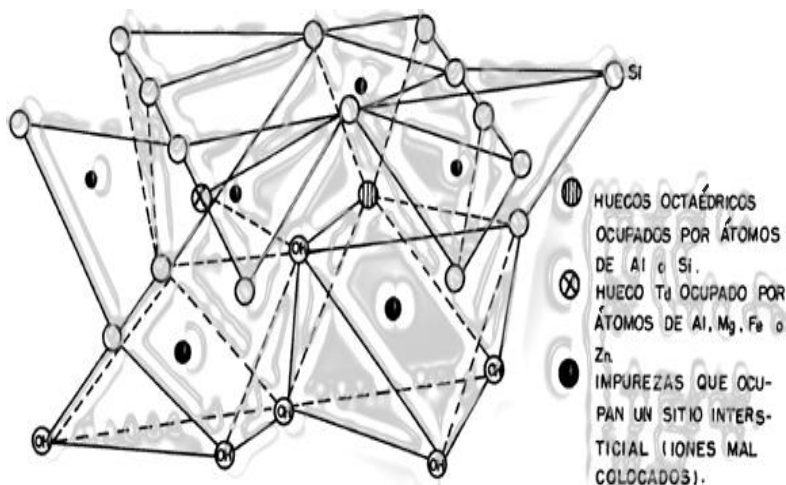


Figura 5. Estructura de la caolinita.²⁹

También hay impurezas que ocupan sitios intersticiales, o dicho de otra manera, tienen iones que están mal acomodados. El efecto de las impurezas depende de su naturaleza, de la proporción en que se encuentran, del tamaño y de la forma de los granos de la arcilla, y de las condiciones de reacción, incluyendo la temperatura alcanzada, la duración del calentamiento y los efectos de algunas otras sustancias presentes. Cuando estas impurezas son compuestos de hierro, por ejemplo, el color de la arcilla cambia, y aparecen eflorescencias de colores en la superficie del material seco y manchas negras o grises. También se modifican las propiedades refractarias. El óxido férrico es altamente refractario cuando se encuentra en una atmósfera oxidante; en una reductora actúa como fundente. La diferencia entre las dos situaciones es que en la primera el hierro pierde electrones, mientras que en la segunda los gana. Esta disparidad puede cambiar radicalmente las propiedades de la materia prima necesaria para hacer un vidrio. Las impurezas nos pueden ayudar a su manufactura, lo importante es saberlas seleccionar y manejar.

1.1.2 Vidrio de sílice (Fabricación)

Formado con 96% de sílice es el vidrio más duro y el más difícil de trabajar, pues es necesario emplear una costosa técnica al vacío para obtener un producto para usos especiales, que transmite energía radiante del ultravioleta y del infrarrojo con la menor pérdida de energía. También existe otra novedosa técnica en cuya primera etapa se utiliza vidrio de **borosilicato** que se funde y se forma, pero con dimensiones mayores a las que se desea que tenga el producto final.

Este artículo se somete después a un tratamiento térmico, con lo cual se transforma en dos fases vítreas entremezcladas, es decir, en dos tipos de vidrios diferentes entremetidos uno en el otro. Uno de ellos es rico en álcali y óxido de boro, además de ser soluble en ácidos fuertes (clorhídrico y fluorhídrico) calientes. El otro contiene 96% de sílice, 3% de óxido de boro y no es soluble. Esta última es la composición final del vidrio de sílice.

En la segunda etapa de fabricación el artículo se sumerge en un ácido caliente, para diluir y quitar la fase soluble. El vidrio que tiene grandes cantidades de sílice, y que no se disuelve, forma una estructura con pequeños agujeros, llamados poros. Posteriormente se lava el vidrio para eliminar el ácido bórico y las sales que se forman, concluyendo con un secado.

En la tercera y última etapa el artículo se calienta a 1 200° C, y se observa una contracción de aproximadamente 14%. Esto quiere decir que su tamaño disminuye en ese porcentaje. Los poros desaparecen. Su estructura se consolida sin que se produzca ninguna deformación. Los gases contenidos en el interior son desorbidos y el vidrio adquiere una apariencia perfectamente transparente y hermética.

Los vidrios que contienen 96% de sílice tienen una estabilidad tan grande y una temperatura de reblandecimiento tan elevada (1500°C) que soportan temperaturas hasta de 900°C durante largo tiempo. A temperaturas más altas que éstas puede producirse una desvitrificación y la superficie se ve turbia. Por todas estas propiedades se utilizan en la fabricación de material de laboratorio, que requiere una resistencia excepcional al calor, como sucede con los crisoles, los tubos de protección para termopares, los revestimientos de hornos, las lámparas germicidas y los filtros ultravioletas, celdas de cuarzo (figura 6).

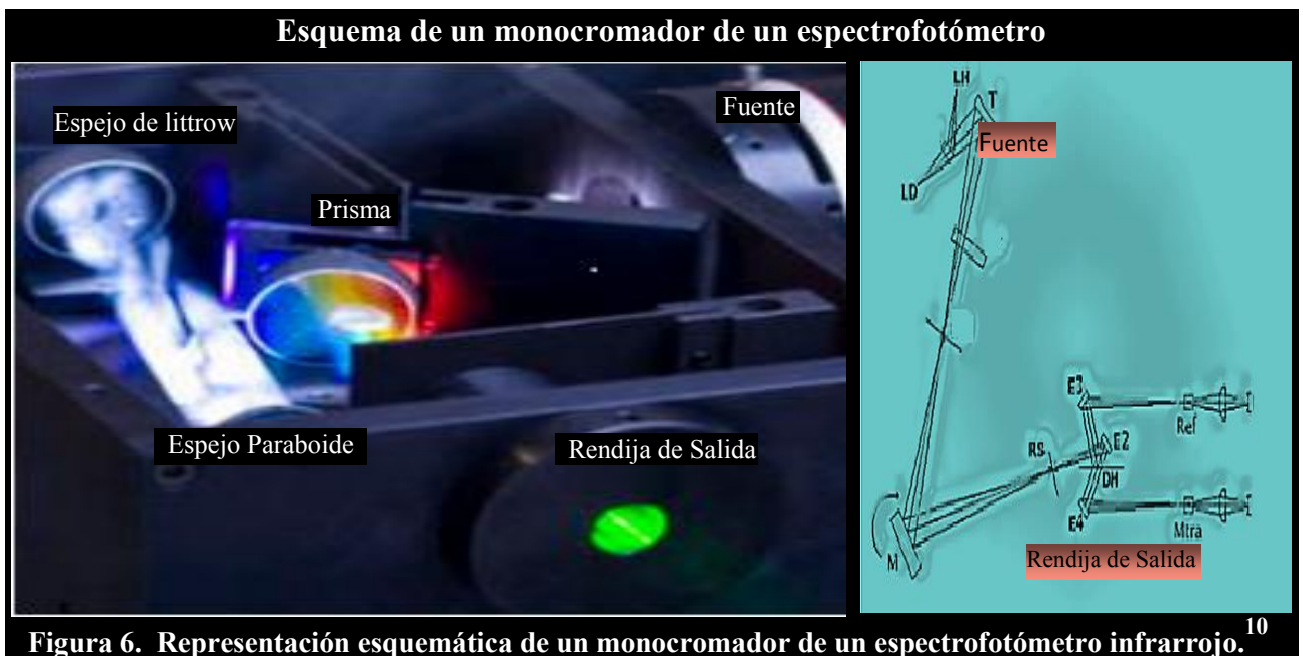


Figura 6. Representación esquemática de un monocromador de un espectrofotómetro infrarrojo. ¹⁰

Generalmente, cuando pensamos en el vidrio nos imaginamos un sólido con una rigidez y elasticidad comparables a las del acero, pero con ciertas propiedades mecánicas que limitan sus aplicaciones; como por ejemplo que no tiene ductibilidad, ya que no se deforma a temperatura ambiente, y que si tratamos de cambiar su forma aplicando una fuerza, lo único que logramos es que se rompa. En realidad es un material duro pero frágil al mismo tiempo, y algo que refuerza esa debilidad es la presencia de imperfecciones superficiales, como astilladuras o ranuras.

El éxito en la manufactura del vidrio radica en controlar la temperatura del proceso, para regular las fuerzas internas que lo hacen quebradizo. Estas fuerzas internas también se aprovechan para producir vidrio de extrema dureza y resistencia si se emplea la técnica del templado. Templar un vidrio es someterlo a un calentamiento controlado y después enfriarlo rápidamente. La superficie queda en un estado permanente de compresión, de modo que las fuerzas que se apliquen al objeto tendrán que vencer primero las tensiones de compresión. El efecto del templado se puede demostrar con las conocidas gotas de Prince Rupert, como se ve en la figura 7. En este experimento se dejan caer unas gotas de vidrio fundido en agua fría. Aquellas gotas que sobreviven son muy resistentes, tanto, que puedes golpearlas con un martillo y no se rompen, pero si después de golpear una de ellas se presiona ligeramente, la gota entera explota en fragmentos diminutos. De alguna manera la presión actúa como una imperfección que se propaga a través de la pieza entera en respuesta del impresionante esfuerzo interno.



Por diversos experimentos se ha comprobado que la tensión en un vidrio puede ser menor cuando éste ha sido templado dentro de cierto rango de temperatura.

1.2 Propiedades Físicas y Químicas de los vidrios.

Recientemente el equipo encabezado por Leonard Lichtenstein, del Instituto Fritz Haber (Alemania 2012) ha conseguido observar por primera vez de forma directa los elementos característicos de la estructura y los patrones que aparecen en ella, estos consiguieron obtener una imagen bidimensional de un vidrio la cual precisa todas las posiciones atómicas.²⁶ Tal y como predijo Zachariasen la estructura corresponde a un átomo de silicio rodeado por tres átomos de oxígeno, exactamente igual que en la sílice cristalina. Sin embargo, la sílice cristalina forma un panal de abeja regular compuesto exclusivamente por hexágonos en un plano, mientras que en el vidrio los anillos, si bien los hexágonos son las estructuras más frecuentes, también se forman desde rectángulos a anillos de más de nueve átomos.⁴⁶

La Figura 8 muestra una imagen STM (microscopio de efecto túnel para superficies a nivel atómico), de una región de transición cristalina - vítreo en la película de sílice puede detectar los átomos de silicio.²⁶

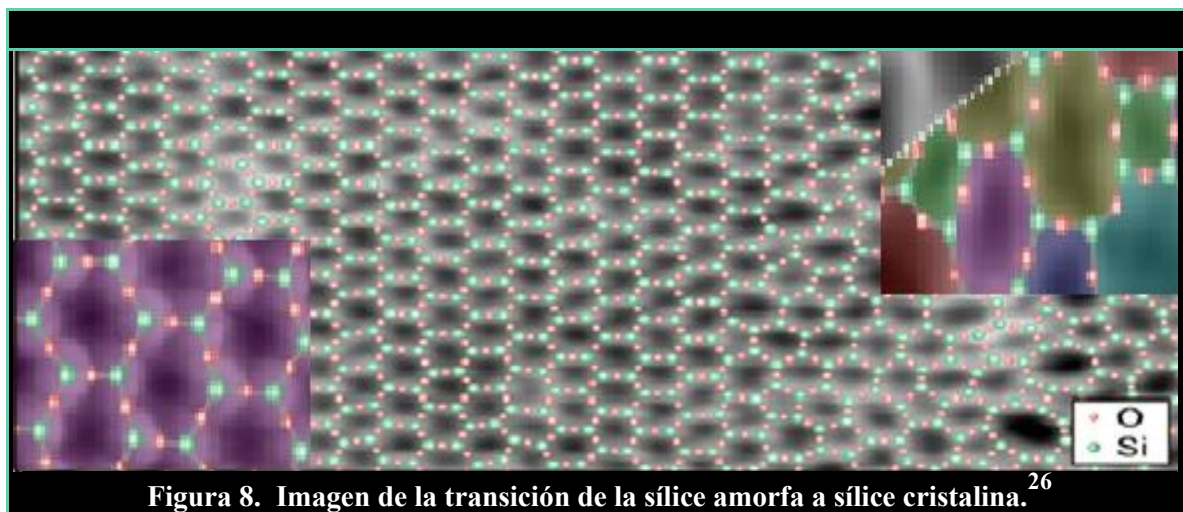


Figura 8. Imagen de la transición de la sílice amorfa a sílice cristalina.²⁶

En la sílice, la unidad estructural fundamental es un tetraedro de SiO_4 , es decir, un átomo de silicio rodeado siempre por cuatro átomos de oxígeno (figura 9). Las fuerzas que mantienen unidos a estos átomos comprenden enlaces iónicos y covalentes, lo cual provoca que la fuerza del enlace sea muy grande. Si pensamos en tetraedros de sílice juntos, unos rodeando a otros, tendríamos una combinación de tetraedros de sílice (con sus respectivos oxígenos) orientados al azar. En un cristal como el de la figura 11(a) los átomos siguen un patrón estricto de orientación que se repite n veces, siempre de la misma manera. En un vidrio, los enlaces Si-O-Si no tienen una orientación determinada (figura 11(b)); la distancia de separación entre los átomos de Si y O no es homogénea, las unidades tetraédricas no se repiten con regularidad y el compuesto está desordenado, a esta última se le conoce como sílice amorfa, mientras que a la ordenada se le conoce como sílice cristalina, y ambas se utilizan en la fabricación del vidrio.

El cuarzo (figura 10), es un ejemplo de sílice cristalina muy empleada en esta manufactura.

Representación gráfica de las diferencias estructurales.

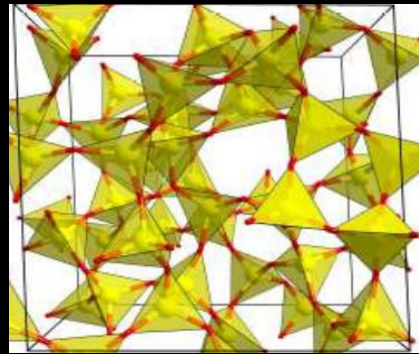


Figura 9. Tetraedro de silicio rodeado de cuatro átomos de oxígeno.^{12,29}

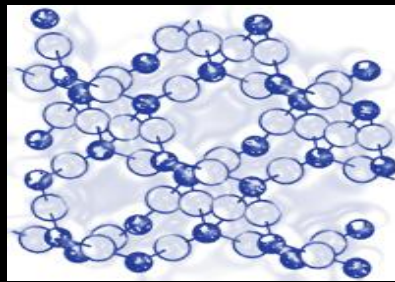


Figura 10. Estructura cristalina regular de cuarzo.^{12, 29}

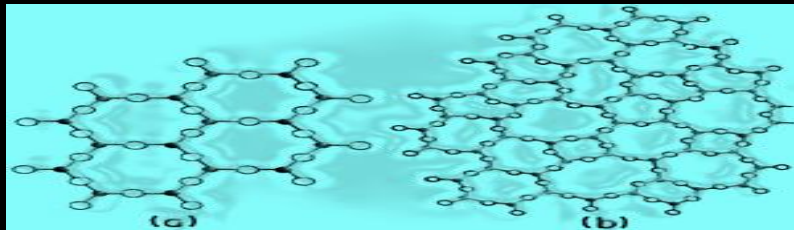


Figura 11. Representación gráfica de las diferencias estructurales entre un cristal (a) y un vidrio (b).²⁹

1.2.1 Vidrio de Borosilicato (Pyrex)

En 1868 Constant Stas un famoso fabricante de esferas de reloj obtuvo por primera vez un vidrio de alta resistencia, el cual fue perfeccionado y homogenizado para el desarrollo de las primeras mediciones espectrofométricas por el alemán Otto Schott, finalmente comercializado bajo la marca Duran en el 1893, se han desarrollado muchos adelantos hasta llegar al vidrio pyrex. El contenido de B_2O_3 para el vidrio de borosilicato es típicamente 12 a 13% y el contenido de SiO_2 superior al 80%, 3.6% de Na_2O , 0.2% de K_2O y 2.2% de Al_2O_3 (Ver tabla 1, valores comparativos de vidrios de Borosilicato de los diferentes proveedores), hasta la fecha no ha cambiado ni ha podido ser sustituido por otro, debido a que tiene gran estabilidad.

La resistencia que ofrece el vidrio al ponerlo en contacto con el agua o con agentes atmosféricos, así como con soluciones acuosas de ácidos, bases y sales, es una propiedad de gran importancia llamada *durabilidad química*, que lo hace tomar ventaja sobre otro tipo de materiales, como los plásticos, por ejemplo. Resiste los ataques del agua y de casi todos los ácidos en el campo de temperaturas general de trabajo; resiste las esterilizaciones repetidas húmedas o secas sin empañarse. Su contenido relativamente bajo de álcalis deja el valor pH de los medios virtualmente invariable.

El vidrio tiene una resistencia excelente a los ácidos, excepto al fluorhídrico, y a las soluciones alcalinas frías. Por eso es muy útil como envase de reactivos químicos.

Los recubrimientos de vidrio son resistentes a todas las concentraciones de ácido clorhídrico a temperaturas menores de $200^\circ C$; a todas las concentraciones de ácido nítrico hasta el punto de ebullición; al ácido sulfúrico diluido hasta el punto de ebullición y concentrado hasta $300^\circ C$.

Los otros vidrios tienen como fórmula química general $w Na_2O-xCaO-SiO_2$. Nuevamente, lo que cambia son los valores de w y x , dando distintas composiciones. Mientras más grande sea el valor de w , más Na_2O tendrá y será más resistente.

En la figura 12 se presenta una gráfica de la resistencia que tiene un vidrio comercial de borosilicato a la acción de diferentes ácidos y álcalis. El material fue expuesto a los reactivos durante seis horas.

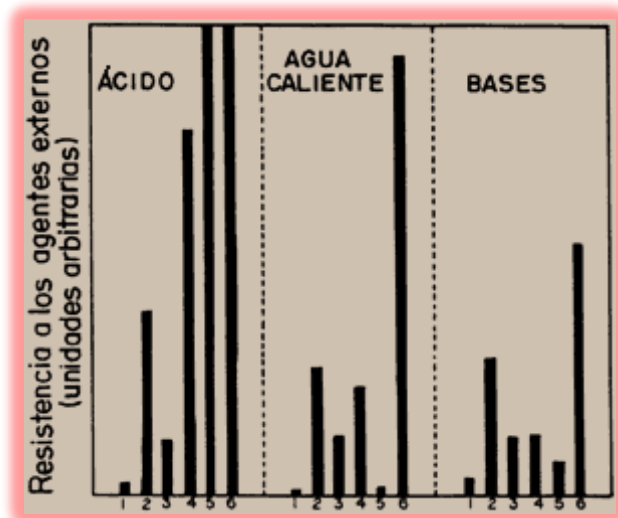


Figura 12. Comparación de la acción de diferentes soluciones ácidas, H_2O y básicas en seis vidrios. Los números del 1 al 5 son sódico-cálcicos y el 6 es vidrio de Borosilicato.²⁹

En la misma figura se puede observar que todos, menos el *pyrex*, reaccionan con el agua caliente. En contacto con medio acuoso lo que ocurre es un intercambio de iones sodio $[\text{Na}^+]$ por iones hidronio $[\text{H}_3\text{O}^+]$. Los iones hidronio están presentes en el agua en equilibrio con los iones $[\text{OH}^-]$. Este intercambio va disolviendo el material. Por el contrario, cuando el vidrio se mezcla con una base, el intercambio iónico sucede entre los aniones (los que tienen carga negativa) de la estructura $[\text{Al}(\text{OH})_4^-]$ y los grupos hidroxilo $[\text{OH}^-]$ de la base. Como resultado tendremos una mayor cantidad de $[\text{OH}^-]$ dentro de la estructura del vidrio.

Dentro de las **propiedades térmicas** podemos definir cuatro temperaturas de referencia en función de la viscosidad del vidrio.

- El *punto de trabajo*, donde la viscosidad del vidrio caliente es lo suficientemente baja como para poder darle forma utilizando métodos ordinarios.
- El *punto de reblandecimiento*, temperatura a la cual el vidrio empieza a deformarse de manera visible.
- El *punto de recocido*, es cuando las tensiones internas existentes son desvanecidas, y que corresponde a la temperatura más alta de recocido.
- El *punto de deformación*, donde el vidrio es un sólido rígido y puede enfriarse rápidamente sin introducir ningún tipo de tensiones externas.

En la (figura 13) se muestra la temperatura de templado de un vidrio *pyrex* contra el tiempo. Cuando la temperatura y el tiempo son bajos, en la figura se indica con puntos, y cuando tienen valores mayores, aparecen círculos cada vez más grandes. Esto quiere decir que, para el vidrio *pyrex*, cuando la temperatura de templado es alta y el tiempo largo, la diferencia entre el límite superior y el inferior es grande.

El límite superior está determinado por la temperatura a la cual el vidrio es un líquido que fluye con facilidad. El límite inferior, también llamado punto de tensión, no está completamente definido, aunque lo han descrito como la temperatura a la que una pieza puede ser rápidamente enfriada sin que tenga una tensión permanente.

Así, mientras más separados estén estos límites es mejor, porque el rango en el que podemos trabajar es mayor.

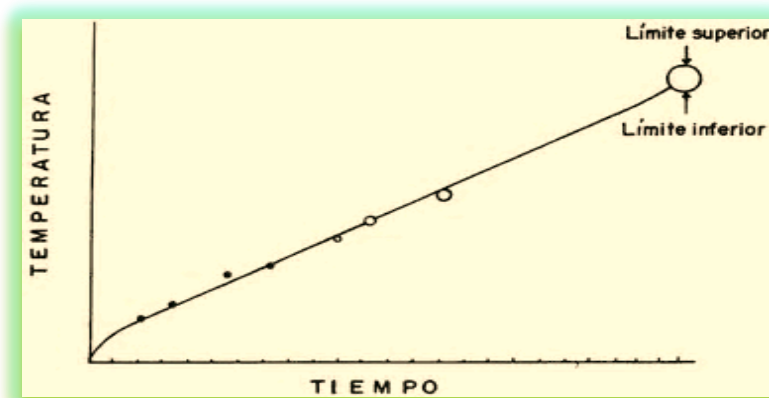


Figura 13. Curva de templado de un vidrio *pyrex*.¹³

Si nos referimos a la capacidad calorífica del vidrio, sabemos que es mucho más pequeña que la de los metales, pero que puede usarse con éxito en ciertas aplicaciones de transmisión de calor, como en los moldes para cocinar en hornos caseros, debido a su dilatación térmica sumamente baja, el vidrio Borosilicato no sólo resiste las tensiones de los choques térmicos repetidos, sino que permite fabricar materiales más gruesos y robustos que los que son generalmente posibles con vidrio.

La **viscosidad** en un vidrio es otra propiedad de importancia práctica en todas las etapas de preparación porque de ésta depende la velocidad de fusión. Podríamos definir la viscosidad como la resistencia que presenta un líquido a fluir, aunque el vidrio parece un sólido, medimos su viscosidad porque los vidrios en realidad, son líquidos sobreenfriados. Un líquido sobreenfriado es aquel que permanece como líquido a temperaturas más bajas que la de solidificación. Esto se logra llevando a cabo el enfriamiento en condiciones extremas de cuidado y pureza.

La viscosidad de algunos líquidos sobreenfriados comienza a aumentar violentamente a medida que la temperatura disminuye y alcanzan una consistencia tal que su endurecimiento los hace aparecer como sólidos, pero en realidad tienen la misma estructura atómica que un líquido, esto mismo le ocurre al vidrio.

Una forma de determinar la viscosidad es midiendo el tiempo que tarda en pasar una cantidad determinada de líquido a través de un tubo de diámetro pequeño a una presión dada. La resistencia a fluir se debe a la atracción entre las moléculas, por lo que es una medida de su fuerza. En general, a medida que aumenta la temperatura, las fuerzas de cohesión están más incapacitadas para competir con el creciente movimiento molecular, y por lo mismo la viscosidad disminuye.

Para tener un material con cierta resistencia es necesario que las moléculas estén unidas con una firmeza relativamente constante, lo que se traduce en tener una viscosidad invariable. Si medimos el tiempo requerido para que esto ocurra, observamos que la temperatura de templado es importante. En la figura 14, lo que vemos es que la primera tarda más en llegar a ser una línea horizontal que la segunda, y por lo tanto necesita más tiempo para que su viscosidad sea constante.

Es evidente que la viscosidad también varía en función de la composición. En la figura 15 cada línea de la gráfica representa un valor diferente de x en la fórmula química que aparece en el pie de la figura. Es normal que al variar la cantidad de sodio y calcio cambien las propiedades del vidrio. Por otro lado, mientras mayor sea la proporción de óxido de aluminio, magnesio o calcio con respecto al óxido de sodio, mayor será la viscosidad, como puede verse en la figura 16, donde también se aprecia que la presencia de óxido de magnesio es la que aumenta más rápidamente esta característica.

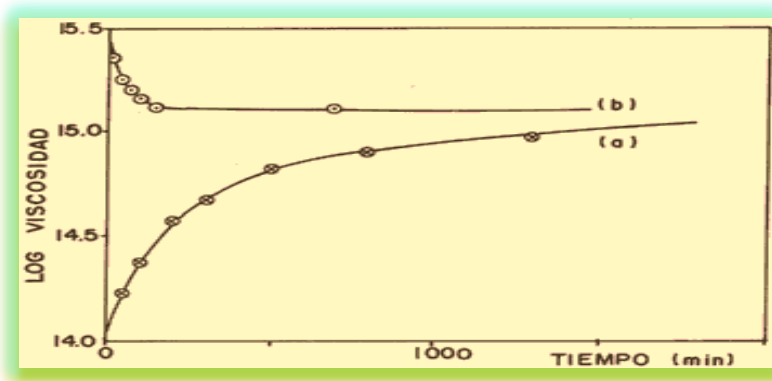


Figura 14. Curva de viscosidad de un vidrio tratado a 477° C (a) y a 486° (b).

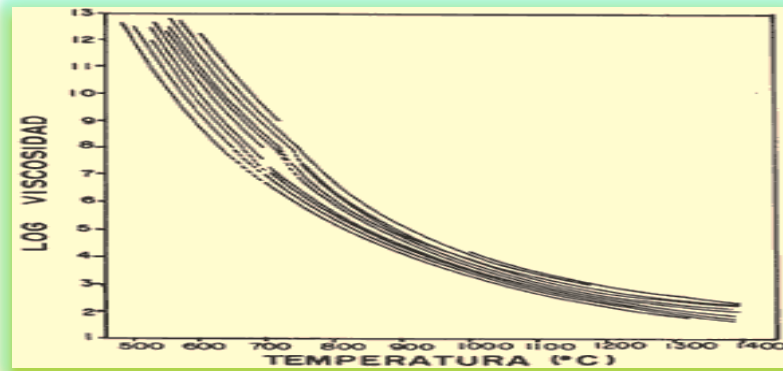


Figura 15. Cambio de la viscosidad (en poises) de algunos vidrios con fórmula $(2-x)\text{Na}_2\text{O} - x\text{CaO} - 6\text{SiO}_2$.

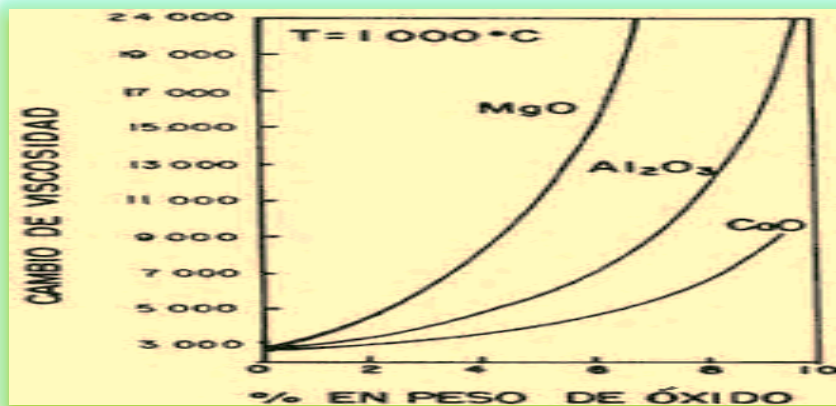


Figura 16. Variación de la viscosidad (en poises) a 1000°C con respecto a la composición del vidrio.²⁹

La **densidad**, definida como el resultado de la masa entre el volumen, es otra propiedad de los vidrios que ha sido muy estudiada. Depende de factores como la temperatura, la presión a la que está sometido y finalmente la composición.

En la figura 17 se observa que en un vidrio la densidad aumenta al incrementar la concentración de óxido de calcio (CaO) y de titanio (TiO_2), mientras que cuando se eleva la cantidad de alúmina (Al_2O_3) o de magnesia (MgO) la densidad disminuye. Por otro lado, comparando un vidrio con fórmula $\text{Na}_2\text{O-PbO-SiO}_2$ con otro que contenga $\text{K}_2\text{O-PbO-SiO}_2$, vemos que se intensifica notablemente la densidad cuando el porcentaje de PbO es alto (figura 19), que con sodio (Na^+) es más alta que con potasio (K^+), y que cuando llegan alrededor de 40% de contenido de óxido de plomo prácticamente se igualan. En general, la densidad de un vidrio varía muy poco si cambiamos la presión.

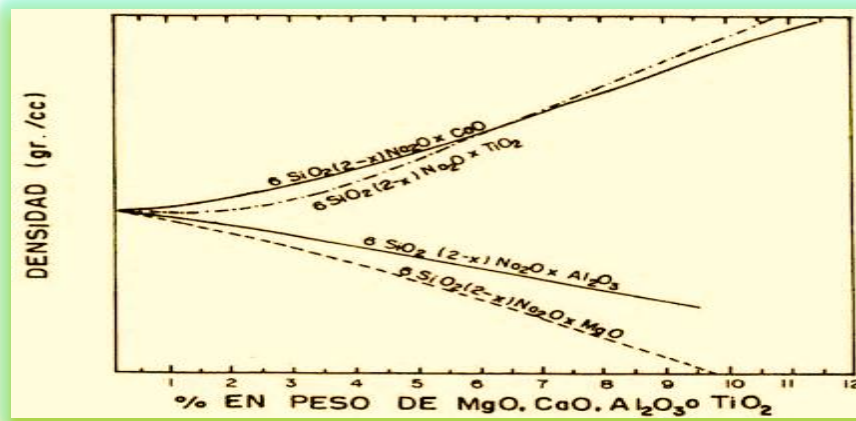


Figura 17. Densidad de algunos vidrios de fórmula $(2 - x)\text{Na}_2\text{O} - x[\text{MgO}, \text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ o } \text{TiO}_2]6\text{SiO}$ en el punto de templado.

Si una pieza de vidrio es estirada por la acción de una fuerza, puede regresar a su tamaño y forma original en el momento que se elimina el esfuerzo que lo deforma, siempre que nos movamos dentro de ciertos límites de temperatura.

A esta propiedad se le llama elasticidad y si después de eliminar la fuerza deformante el material no recupera sus dimensiones originales, se dice que excedió el límite elástico.

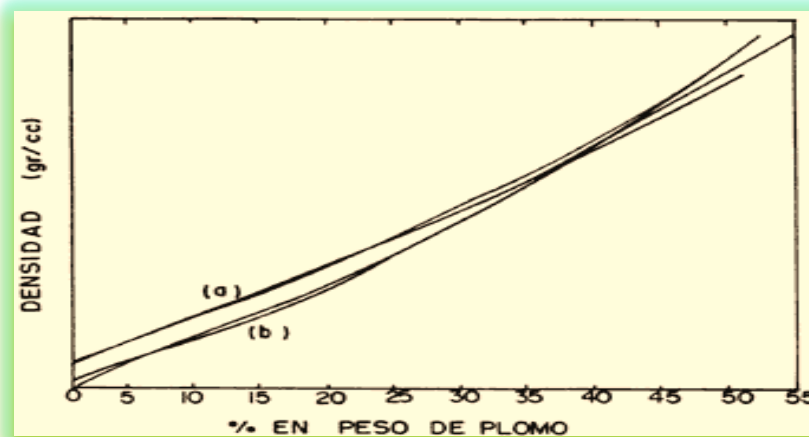


Figura 18. Densidad de diferentes vidrios de composición: a) $\text{Na}_2\text{O} - \text{PbO} - \text{SiO}_2$ y b) $\text{K}_2\text{O} - \text{PbO} - \text{SiO}_2$.⁴²

Como se observa en la figura 19, la temperatura es un factor muy importante debido a los altos valores de compresibilidad y la rapidez con la que cambia, que concuerdan con la concepción de la naturaleza líquida del estado vítreo. La compresibilidad es la acción de reducir el volumen de un material. En los sólidos y líquidos el volumen se comprime muy poco por efecto de la presión. En el vidrio sucede lo mismo, pero esta propiedad es importante porque de ella dependen las aplicaciones que se le puedan dar.

En la figura 19 se aprecia que la compresibilidad del vidrio de Na y K aumenta linealmente con la temperatura, el que contiene borosilicato de zinc siempre decrece, mientras que el de sílice y el *pyrex* decaen para volver a crecer aproximadamente después de los 250°C.

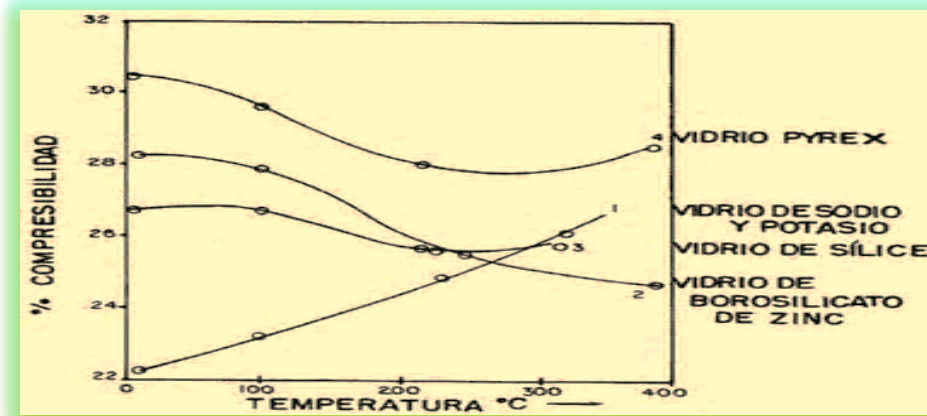


Figura 19. Porcentaje de compresibilidad por efecto de la temperatura en varios vidrios.⁴²

Con respecto a las propiedades eléctricas, la conductividad de un vidrio depende de su composición, de su temperatura y de las condiciones atmosféricas que rodean al material. A bajas temperaturas los vidrios multicomponentes son aislantes. A todas las temperaturas, son conductores electrolíticos, y de 25 a 1,200°C la resistividad, o resistencia a conducir la electricidad, es variable.

La resistividad del vidrio disminuye rápidamente a medida que aumenta la temperatura, y por consiguiente se dice que es un semiconductor. La conducción en este caso no se debe a que los electrones se muevan, sino a iones que emigran a través de la red vítrea.

En la figura 20 se observa que al aumentar la temperatura aumenta la conductividad eléctrica, y a pesar de que es semejante el comportamiento de los vidrios que aparecen en la figura, se puede ver que los que contienen bario y plomo necesitan una temperatura mayor, de 244 y 248°C respectivamente, para comportarse como conductores.

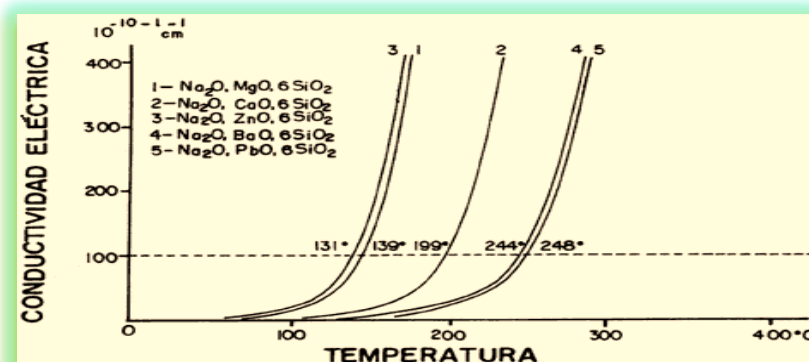


Figura 20. Cambio de la conductividad eléctrica con la temperatura en varios vidrios.⁴²

La conductividad de diversos vidrios a temperatura ambiente varía mucho, y los valores más altos se encuentran en aquellos que tienen un mayor contenido de sílice.

A continuación se muestran las propiedades del vidrio del Borosilicato, según los fabricantes líderes de material volumétrico para laboratorio.

Las propiedades físicas que se muestran en la tabla 1, están certificados por los métodos de pruebas internacionales aprobados y definidos por la norma ISO-3585

VALORES COMPARATIVOS DE VIDRIOS DE BOROSILICATO DE LOS DIFERENTES PROVEEDORES (PROPIEDADES FÍSICAS)				
CODIGO DEL VIDRIO	7740	8330	KG -33	
FUENTE	Corning	Schott	Kimble	Kavalier
NOMBRE COMERCIAL	Pyrex	Duran	Kimax	Simax
Coefficiente lineal de Expansión Térmica $10^{-7}/^{\circ}\text{C} < \alpha > (20^{\circ}\text{C}; 300^{\circ}\text{C})$ según norma ISO 7991	32.5	33.0	32.0	33.0
Punto de deformación $^{\circ}\text{C}$	510	525	513	510
Punto superior de la refrigeración $^{\circ}\text{C}$	560	560	565	560
Punto de reblandecimiento	821	820	827	820
Punto de trabajo 0°C	1252	1260	1255	1260
Densidad g/cm^3	2.23	2.23	2.23	2.23
At 250°C ohm/cm	8.1	8.0	7.9	
At 350°C ohm/cm	6.6	6.5	6.4	
Dieléctrica 1MHz	At 20°C	At 25°C	At 25°C	At 20°C
K	4.6	4.6	4.6	4.6
Factor de pérdida de 1%	2.6		2.2	
Índice de Refracción	1.474	1.473	1.470	1.472
Estrés Coeficiente óptico. 10-6mm 2/N	3.94	4.00	3.70	3.60
Fusión Continua	Fusión Continua (6 - 8 ciclos)			
Composición Wt %	Pyrex	Duran	Kimax	Simax
SiO₂	80.6	80.1	80.0	80.4
B₂O₃	13.0	13.0	13.0	13.0
Na₂O+K₂O	4.0	4.0	4.0	4.2
Al₂O₃	2.3	2.0	3.0	2.4

Tabla 1. Propiedades físicas según los fabricantes líderes de material volumétrico vidrio de Borosilicato.

2.0 Material Volumétrico

Es aquel que se utiliza en el Laboratorio para medir volúmenes, en su mayoría están constituidos por vidrio para permitir la visualización del líquido o líquidos que se desea medir.

El material volumétrico en vidrio, como matraces aforados, pipetas aforadas y graduadas, probetas graduadas y buretas, forma por tanto parte del equipo básico.

Jarras graduadas, vasos, matraces Erlenmeyer, y embudos de goteo no son aparatos volumétricos. No están ajustados de forma exacta, la escala solamente sirve como referencia.

Es el resto del material de vidrio empleado carecen de una calibración rigurosa, por lo cual son utilizados para contener volúmenes, agitar, trasvasar, operaciones que no requieran de precisión de alguna medida.

2.1 Clasificación del Material Volumétrico (según precisión).

Un gran número de fabricantes ofrecen aparatos volumétricos en calidades diferentes precisiones, por norma deben de contar con un certificado de Calibración e Incertidumbre declarada, aunque en algunos casos se utilizan de plástico transparente, ya sea por su bajo precio, o para evitar una reacción entre el líquido y el vidrio.

El material de vidrio se clasifica de acuerdo a la composición química con el que está fabricado, por su tolerancia y por su uso, en la Tabla2, se ilustra por su exactitud.

EXACTITUD EN LOS TIPOS DE MATERIAL DE VIDRIO		
Tipo I	Borosilicato	<i>Clase A</i> Artículos volumétricos de mayor Exactitud. <i>Clase B</i> Artículos volumétricos de menor exactitud, la tolerancia de estos es el doble que la establecida para los de clase A. <i>Clase C</i> Artículos volumétricos de la menor exactitud.
Tipo II	Vidrio Calizo	Material para Precisión aproximada (vasos de precipitados, buretas, pipetas graduadas, etc.)
Tipo III	Vidrio de baja transmitancia luminosa	

Tabla 2. Clasificación de los Tipos de material de vidrio según su exactitud.⁵

Si el método requiere de alta exactitud, se debe usar únicamente material de vidrio de Clase A, ya que tiene especificaciones de exactitud garantizadas y generalmente no necesita calibración. Este tipo de Material se recomienda para uso Analítico.

Teóricamente el certificado de un MC debe especificar claramente el valor certificado, la incertidumbre correspondiente con un nivel de confianza declarado.

El método o técnica analítica utilizada para la determinación del valor, analito al que corresponde el valor certificado, matriz, recomendaciones de uso, limitaciones y fecha de caducidad entre otros.

Todo material volumétrico debe presentar inscrito en el vidrio las siguientes indicaciones:

- Temperatura de uso
- Marca del material
- Tipo de exactitud
- Si es de verter o de contener
- El error de calibración del material.
- La capacidad máxima y mínima que puede medir el material.

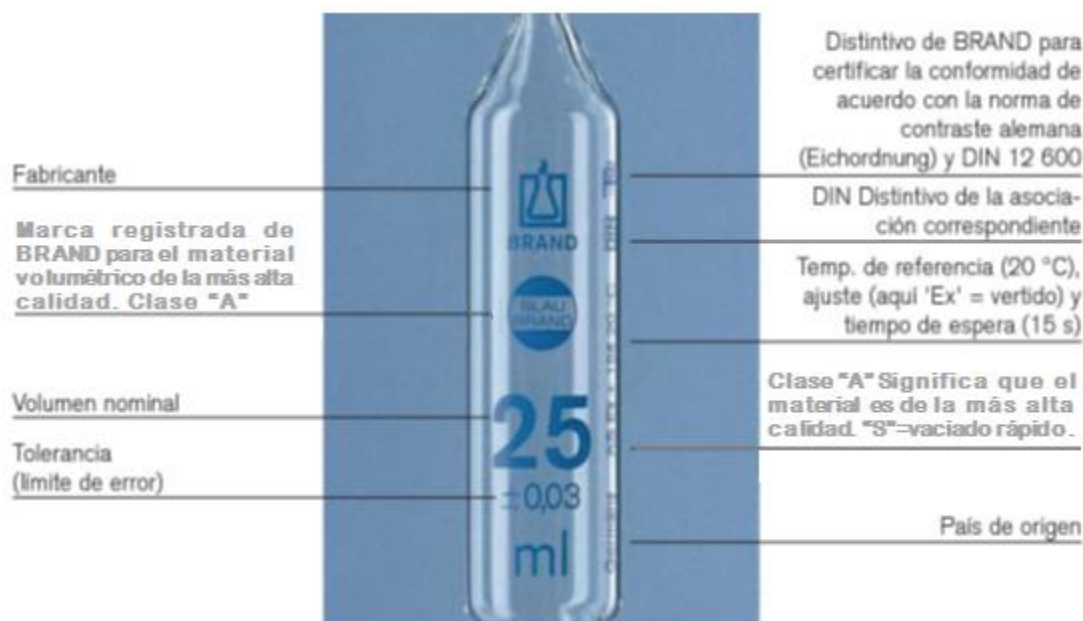


Figura 21. Ejemplo de información que debe de contener el Material Volumétrico de alta precisión analítica. ⁴

2.2 Clasificación del Material Volumétrico por su uso.

El material de vidrio volumétrico se encuentra diseñado para Contener como para Entregar. El material calibrado **para contener** se encuentra generalmente marcado con las iniciales P.C o TC (to contain) en inglés. Cuando son llenados hasta la marca en la cual fueron calibrados para contener un volumen determinado. Significa que si se utilizara para entregar, entregaría menos del volumen indicado, debido a la retención del líquido en las paredes del recipiente.

El Material calibrado para **verter o entregar** está marcado como P.E o TD (to deliver) en inglés. Es el material que se calibra durante su proceso de manufactura, para transferir una cantidad establecida de líquido, con propiedades similares de viscosidad y tensión superficial al agua.

El diseño de este material le permite retener una cierta cantidad de líquido en sus paredes (y en la punta como es el caso de las pipetas, cuando así se indica).

La pipeta y la bureta son materiales de verter, se caracterizan por que se utilizan para medir un volumen y verterlo en otro recipiente, pero no se utiliza para contener el líquido.

En estos materiales, la cantidad de líquido vertido corresponde exactamente con el volumen indicado después de verterlo, La graduación de estos materiales tiene la característica de presentar el cero en la parte alta y medir hacia abajo, a medida que el líquido es expulsado.⁴

a) Pipetas.

Sirven para medir volúmenes pequeños, Se fabrican de 1, 2, 5, 10, 20, 25, 50 y 100 centímetros cúbicos, aunque las más habituales son las de 10 mL. en 1/10, con un error de +/- 0,03 mL como máximo.

La parte inferior del tubo termina en punta y en la superior suelen llevar un ensanchamiento para que los líquidos no lleguen a la boca al succionar para llenarlos. No emplear nunca una pipeta como agitador. Las pipetas aforadas pueden ser de varias clases: unas poseen sólo un aforo, el volumen que miden es el comprendido entre el aforo y la punta de la pipeta. Otras presentan dos aforos, uno en la parte superior y otro en la parte inferior de la pipeta, el volumen que mide es el comprendido entre los dos aforos.

Además indican con una cifra el valor del aforo. A la acción de utilizar la pipeta se le llama pipetear. Para manejar la pipeta deben seguirse los siguientes pasos.

- La pipeta debe estar perfectamente limpia y seca.
- Llenar la pipeta con el líquido a medir aspirando despacio hasta que el líquido rebasa levemente el lugar donde se quiere enrasar. Si el líquido es peligroso por desprender vapores tóxicos o corrosivos se empleará un aspirador de pipetas.
- Cerrar el extremo superior de la pipeta con el dedo índice y colocar el resto alrededor del tubo.
- Separar la pipeta del líquido y colocar la línea de enrase a la misma altura de los ojos del operador, y disminuyendo ligeramente la presión del dedo índice, dejar pasar el líquido necesario para que la parte inferior del menisco coincida con el enrase.
- Secar las paredes exteriores de la pipeta con papel de filtro teniendo cuidado de no tocar el orificio de salida.
- Introducir el extremo inferior de la pipeta en el recipiente donde se va a verter el líquido, de manera que forme ángulo con la pared del recipiente.
- Lentamente dejar escapar el líquido disminuyendo la presión del dedo índice.

No soplar después de su vaciado, ya que el resto de líquido que queda en las paredes de la pipeta o en su extremo se ha tenido en cuenta a la hora de calibrar la pipeta.¹¹

Tiempo de expulsión

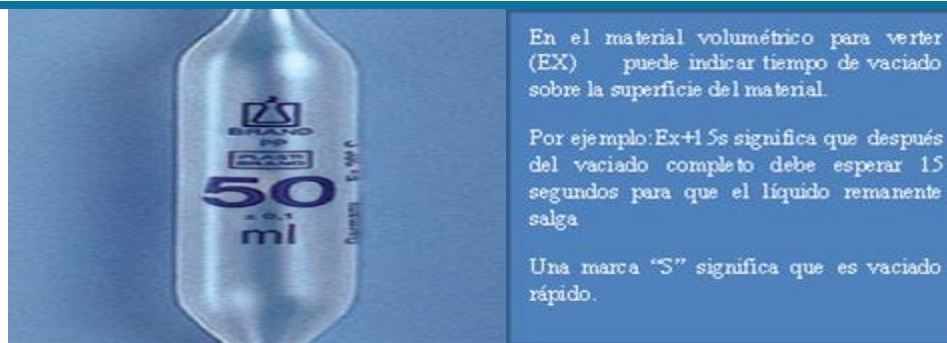


Figura 22. Tiempo de expulsión Material Marcado. ¹³

B) Buretas.

Sirven también para medir volúmenes con toda exactitud. Las hay de varias clases, las más usadas en la iniciación a las técnicas de laboratorio son tubos rectos graduados en centímetros cúbicos o en décimas de centímetro cúbico, que llevan una llave de paso en su extremo inferior. Se llenan con un embudo por la parte superior y la cantidad de líquido que se quiere vaciar se regula con la llave de paso.

El pico de la bureta debe ser estrecho, de forma que sólo deje salir unos 50 centímetros cúbicos por minuto. Cuando el vaciado se acerca a la cantidad deseada debe regularse el cierre de forma que el líquido caiga por goteo. Si se trata de observar cómo reacciona el líquido contenido en el recipiente receptor con el de la bureta, debe agitarse poco a poco el recipiente receptor a medida que se va vertiendo el líquido de la bureta, para ver en qué momento, y por tanto con qué cantidad de líquido de la bureta se produce la reacción esperada.¹¹

Para su manejo se deben tener en cuenta las siguientes precauciones:

- Los líquidos han de estar a temperatura ambiente. Nunca verter líquidos calientes.
- La zona que hay entre la llave y la boca de salida debe quedar completamente llena de líquido (sin burbujas de aire).
- El líquido nunca debe ser vaciado demasiado rápido para que no quede líquido pegado a las paredes.
- Es un material de verter, por tanto el cero queda en la parte alta de la bureta, pero la graduación no llega hasta el extremo, termina algo por encima de la llave, hay que tener esto en cuenta, ya que si al verter el líquido pasamos de la última medida de la graduación, no sabremos el volumen exacto que hemos vertido.

La probeta y el matraz aforado son dos materiales calibrados para contener. Estos materiales se utilizan para medir volúmenes, pero miden el volumen que se encuentra dentro del recipiente.

c) Matraz aforado.

Son matraces de cuello alto y delgado, cuerpo redondo y fondo plano. Se emplean para medir volúmenes de líquidos que contiene (es un material volumétrico de contener). Presenta una marca (o aforo) en el cuello que indica el volumen del matraz, el hecho de sólo tener un aforo hace que sólo pueda medir un volumen y el hecho de ser aforado se indica en el vidrio del matraz con la letra "A". Al ser un material de alta precisión no se puede calentar ni verter líquidos calientes, ya que afectaría a la calibración del matraz.¹¹

2.2.1 Reglas para el uso Material Volumétrico en el Laboratorio

Lectura del menisco

Para leer correctamente el volumen exacto del líquido que presenta un material volumétrico hay que tener presente las siguientes precauciones:

- El operario debe colocarse al mismo nivel que la superficie del líquido.
- Hay que fijarse en la parte baja del menisco que forma el líquido en la superficie.

Lectura del menisco

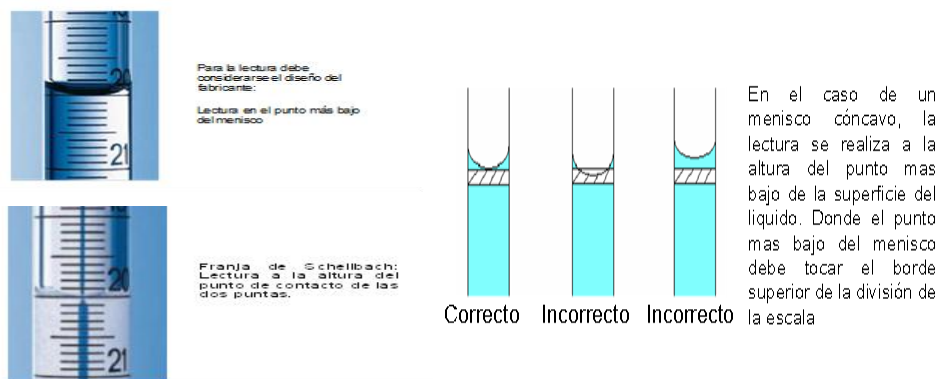


Figura 23. Lectura Correcta del menisco y Franja de Schellbach.⁸

Cuando se lee el nivel de un líquido en una bureta, el ojo debe estar a la misma altura de la superficie libre del líquido, El error que se comete cuando el ojo no está a la misma altura que el líquido se llama error de **paralaje**.²⁶

Para obtener resultados de mediciones confiables, es recomendable realizar la selección adecuada del material del vidrio a utilizar de acuerdo a la metodología a emplear, al proceso de medición que será sometido y a la exactitud que se requiera.

-
- Deben tenerse precauciones de posible contaminación debida al uso previo del material en otro análisis.

Las marcas de colores y escalas se colorean tiñendo una capa delgada del vidrio. Como la capa coloreada tiene la misma composición química del vidrio, su resistencia es también igual y el color solo puede quitarse disolviéndola capa de vidrio superficial.

Otros artículos volumétricos se rellenan con esmaltes fundidos en las líneas, marcas u otras inscripciones. Estos rellenos cerámicos son muy resistentes a los ácidos y alcalinos, Por lo tanto, las líneas y marcas de colores no deben someterse a inmersiones

Prolongadas en ácidos o alcalinos. Siempre que las marcas se mojen con los reactivos deben enjuagarse tan pronto como sea posible.

- Evitar poner el vidrio en contacto con disoluciones de ácido fluorhídrico o álcalis concentrados. Éstos últimos además pueden arruinar las juntas esmeriladas.
- En el análisis de trazas, la clase de vidrio utilizado, su limpieza, secado y almacenado son aspectos críticos.

2.2.2 Limpieza y Cuidados del material volumétrico

La limpieza de aparatos de vidrio se determina por la uniformidad con que el agua destilada moja las superficies. Ciertas contaminaciones, especialmente grasa, adheridas a las paredes impiden que éstas puedan mojarse uniformemente y el agua tiende a acumularse en forma de gotas. Este defecto causa irregularidades en la capacidad de los artículos al tergiversar el menisco y porque además puede afectar el volumen residual adherido a las paredes cuando se vacían los aparatos calibrados para suministrar el volumen indicado. Aun cuando las superficies del artículo se mojen uniformemente, puede ocurrir alguna variación en la capacidad aparente. Esto es debido a pequeñas cantidades de sustancias orgánicas, grasosas o no, que contaminan la superficie del líquido produciendo un cambio en la tensión superficial y deformando el menisco. Por lo tanto, el lavado, enjuagado y secado debe hacerse de manera que se evite este defecto, debe lavarse adecuadamente o clasificarse de acuerdo a su uso.

- Lavar tan pronto como sea posible aquel material que ha estado en contacto con disoluciones concentradas o por lo menos sumergir en agua con detergente después de asegurarse de que no contiene residuos.
- Separar juntas, llaves y válvulas esmeriladas después de su uso.
- Los cepillos para la limpieza deben estar curvados para una limpieza total de los matraces.
- Utilizar una disolución de detergente con agua destilada (neutro).
- Enjuagar con agua corriente y después con agua destilada hasta eliminar totalmente el detergente.

El procedimiento que debe seguirse para limpiar el material volumétrico depende de la naturaleza del contaminante. En muchos casos deben usarse reactivos o métodos especiales para

quitar sustancias determinadas. Antes de dar la lista de los métodos más importantes, es conveniente hacer algunas aclaraciones generales.

A pesar de que el vidrio pyrex posee una resistencia excelente a los ácidos con excepción del hidrófluorhídrico. Las soluciones alcalinas concentradas, tales como soluciones cáusticas calientes, atacan cualquier vidrio si el contacto es prolongado.

Esto sucede aun cuando no se notan los efectos de la reacción en el vidrio debido a la solubilidad de los productos formados. Las soluciones detergentes, hasta concentraciones del 2%, diluidas no dañan seriamente al vidrio a no ser que esté expuesto a ellas durante períodos innecesariamente largos o se permita que el detergente se seque sobre el vidrio.

- **PRECAUCION DE SEGURIDAD.** Cuando se van a limpiar algunos artículos de vidrio es conveniente o necesario llenarlos por succión. Nunca succione ácidos u otros productos de limpieza directamente con la boca. Debe conectarse al aparato a través de un recipiente o a una bomba de vacío. También debe usarse una trampa con líquido entre el artículo y la bomba para impedir el paso a los vapores emitidos.
- **ABRASIVOS.** Nunca use abrasivos para limpiar los aparatos, especialmente los artículos volumétricos. Las superficies se estropean con el tiempo y las marcas o arañazos pueden impedir un buen escurrido y permitir que se alojen contaminaciones difíciles de quitar.
- **AGUA PARA ENJUAGUES.** Al preparar el material volumétrico para calibraciones, el enjuague con agua de la llave debe seguirse con otro de agua destilada. Después del agua de la llave pueden quedar depósitos salinos en las paredes y dar resultados erróneos, principalmente con artículos pequeños, aun cuando esa agua humedezca bien uniformemente las superficies.
- Se recomienda el uso de agua sometida a un tratamiento iónico, inclusive para métodos de lavado ordinarios o de rutina.
- **RESIDUOS ORGANICOS.** Nunca se intente quitar tales residuos con aplicación directa de calor al aparato vacío. Esto puede formar tensiones permanentes en el vidrio afectando la resistencia a los impactos térmicos. Aún más importante, puede cambiársele la calibración a aparatos volumétricos.

La lista de los métodos descritos son los más conocidos. Consiste de varios casos que deben abarcar todos los contaminantes comunes, y algunos otros que ocurren en casos especiales. Generalmente es deseable poner en remojo o darle un enjuague preliminar a todos los aparatos, con gasolina a acetona, para quitarles la grasa y enseguida enjuagarlos con agua. El enjuague de agua debe hacerse cabalmente si se va a emplear después algún ácido para terminar la limpieza.

A continuación presentamos una selección de los métodos generales de limpieza:

- a) Se llena el material con una mezcla de ácido sulfúrico y dicromato de sodio, dejándose reposar. Se vacía la mezcla y enjuaga con agua destilada, seis veces por lo menos. La mezcla se prepara disolviendo y calentando 60 o 65 gramos de dicromato de sodio o potasio en 30 o 35 ml. de agua. Después de enfriarse, se añade ácido sulfúrico concentrado poco a poco hasta completar un litro de solución.
- b) Llénese con una solución de permanganato de potasio, dejando reposar el equipo. Vacíe el permanganato y rellénese con una solución saturada de ácido oxálico. Después, enjuáguese varias veces con agua destilada caliente.

La solución se prepara disolviendo 20 gramos de permanganato de potasio y 50 gramos de hidróxido de sodio en un litro de agua, cada una.

- c) Se llena con una mezcla de ácidos sulfúrico y nítrico, dejándose reposar. Vacíe el aparato y enjuáguelo bien en agua destilada. No debe emplearse este método si la combinación de ácidos puede formar compuestos peligrosos con algún material orgánico de residuo. Las proporciones de ácido necesarias dependen del trabajo de limpieza en cuestión y pueden llegar al 50% de ácido nítrico. La mezcla se puede usar fría o caliente y en ocasiones el aparato puede hervirse en la mezcla. Para ácidos calientes debe usarse el equipo debajo de un extractor de gases.⁴

- d) Lávese con una solución al 1 o 2% de detergente caliente. Enjuáguese bien después de fregar el equipo con cepillo.

- e) El ácido sulfúrico fumante es un agente limpiador excelente. Generalmente se efectúa la limpieza con una cantidad pequeña de ácido, moviendo el recipiente de manera que haga contacto con todas las superficies. Se vacía y enjuaga inmediatamente.

Los tratamientos especiales siguientes se recomiendan para quitar contaminaciones específicas:

- a) LUBRICANTES DE VALVULAS. Cuando un aparato está muy contaminado con lubricantes (exceptuando silicones) puede que sea necesario llenarlo con acetona, una o dos veces, antes de usar uno de los métodos anteriores. Con lubricantes de silicones puede omitirse la acetona y remojar el aparato en ácido sulfúrico fumante durante treinta minutos. También para silicones, se sugiere el uso de decahidronaftaleno (decalín), para el cual se requieren dos horas en remojo antes de escurrir el aparato y enjuagarlo dos veces con acetona.

- b) MANCHAS DE PERMANGANATO. Use ácido clorhídrico concentrado a temperatura ambiente. También se recomienda una solución ácida de sulfato ferroso.

- c) MANCHAS DE HIERRO. Se emplea una solución de iguales cantidades de ácido clorhídrico y agua.

- d) SOLUCIONES NESSLER. Se lava el equipo con ácido nítrico concentrado, enjuagándolo bien.

- e) MATERIAS BACTERIOLÓGICAS. Remojando el equipo en soluciones diluidas desinfectantes (2 al 4% de cresol, lisol, etc.). También se recomienda tratar con vapor de agua en autoclave.

- f) SANGRE O LIQUIDOS SIMILARES. Enjuáguese con agua lo antes posible. Si es necesario, remójese con una solución detergente diluida y a temperatura ambiente; puede usarse la mezcla de ácido sulfúrico y dicromato de potasio.

- g) DEPOSITOS ALBUMINOSOS. Las pipetas con tales depósitos en su interior pueden remojarse en muchas soluciones. Principalmente mencionamos las de ácido nítrico, hipoclorito de sodio, pepsina y ácido clorhídrico al 4%.

Algunos agentes de limpieza dejan vestigios de sus ingredientes a no ser que el método de enjuague se lleve a cabo perfectamente. Aunque los residuos no sean perjudiciales, si el objeto ha sido preparar los artículos para su calibración, pueden causar dificultades en algunos

procedimientos de laboratorio. Por ejemplo, los compuestos de cromo y manganeso pueden retardar o inhibir el desarrollo de microorganismos, aún en vestigios muy diluidos; los vestigios de fósforo pueden estorbar las delicadas pruebas analíticas para este elemento. Los enjuagues finales, antes de calibrar un aparato, deben hacerse con agua destilada. Si un artículo se va a sacar después de lavarse, puede emplearse alcohol etílico o acetona (Especificaciones de la Sociedad Americana de Química) y apresurar la operación soplando aire seco y limpio en el aparato (o aspirando el aire a través del mismo). Es necesario utilizar equipos depuradores muy eficientes para limpiar el aire comprimido de partículas de polvo o aceite.⁴¹

3.0 CALIBRACIÓN

Es muy importante establecer la diferencia entre trazabilidad, calibración y verificación, la relación entre sí, así como las Condiciones y Normatividad necesaria para realizar cada una de estas.

Tenemos dos definiciones de **calibración**:

1. 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 material de referencia, y los valores correspondientes de la magnitud realizada por los patrones.³⁰
2. A la demostración de un instrumento particular o dispositivo produce resultados dentro de límites especificados, en comparación con los producidos por una referencia o estándar trazable sobre un intervalo de mediciones establecido.³⁷

Debe notarse la calibración **No** incluye operaciones de ajuste.

Puede expresarse:

- Mediante una declaración, función de una calibración.
- Diagrama de calibración.
- Curva de calibración o una tabla de calibración.
- En algunos casos, puede consistir en una corrección aditiva o multiplicativa de la indicación con su incertidumbre correspondiente.

Una calibración puede determinar otras propiedades metrológicas tales como los efectos de magnitudes de influencia.

El resultado de una calibración puede ser consignado en un documento, algunas veces llamado certificado de calibración o informe de calibración.

El resultado de una calibración puede atribuir a las indicaciones, los valores correspondientes del mensurado o determinar las correcciones que se deben de aplicar a las indicaciones.

Re-Calibración

Con el objetivo de mantener la trazabilidad de las mediciones, las calibraciones de los Patrones de referencia se deben realizar con una frecuencia tal que asegure que la incertidumbre declarada del Patrón no se degrada en un tiempo determinado. Esta frecuencia depende de aspectos tales como: incertidumbre requerida, frecuencia de uso, forma de uso, estabilidad del equipo.

Calibración de materiales volumétricos

Por definición es comparar la medida de un patrón de referencia trazable con la medida del mensurando. Al calibrar los **materiales volumétricos** estamos aportando niveles de fiabilidad y seguridad en los procesos donde la medición resultante del uso del instrumento tenga lugar. Igualmente, al calibrar los **materiales volumétricos** podremos generar los registros pertinentes para poder documentar un Sistema de Gestión de la Calidad y tomar las medidas oportunas para poder asegurar la calidad de los productos y servicios.

En la calibración del material volumétrico, se utilizan equipamientos y patrones del área mecánica debidamente certificados y trazables al patrón nacional que se encuentra en el (CENAM). Como resultado de **calibrar material volumétrico** se emite un certificado de calibración incluyendo la información necesaria para poder reproducir la calibración y se emite una etiqueta para poder adherir al **material volumétrico** y dejar visible su estado de calibración en todo momento.³⁰

3.1 Jerarquía de Calibración

Laboratorio internacional

A nivel internacional, las decisiones respecto al Sistema Internacional de Unidades (SI) y la realización de los patrones primarios son tomados por la Conférence Générale des Poids et Mesures (CGPM). El Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) está encargado de coordinar el desarrollo y mantenimiento de patrones primarios y organizar intercomparaciones del más alto nivel.

Instituto metrológico nacional

El instituto metrológico nacional es la más alta autoridad en metrología en casi todos los países. En la mayoría de los casos mantienen los patrones nacionales del país que son las fuentes de la trazabilidad para las magnitudes físicas asociadas en el país.

El laboratorio nacional cuenta con instalaciones para realizar la unidad correspondiente al SI, el patrón nacional es idéntico o directamente trazable al patrón primario que presenta la unidad, Teóricamente debe de contar con instalaciones para realizar las pruebas de magnitudes físicas en el país

Las entidades de acreditación de laboratorios acreditan laboratorios de calibración en la industria y otras organizaciones, de acuerdo con los criterios bien establecidos. Internacionalmente el criterio es ISO/IEC 17025.

La acreditación generalmente se da para medición de magnitudes específicas y para la mejor incertidumbre que puede lograrse con los instrumentos de medición disponibles en el laboratorio de calibración.

Los laboratorios acreditados regularmente están a la cabeza de la jerarquía de calibraciones internas. Su labor es comparar, en intervalos apropiados, sus patrones de trabajo con patrones de referencia que están calibrados por el instituto metrológico nacional (CENAM) o un laboratorio acreditado con una mejor capacidad de medición.³⁰

La selección de un proveedor de servicios de calibración es tan importante como la calibración misma, un laboratorio de metrología confiable, debe contar con los siguientes requisitos:

- Sistema de calidad basado en la norma ISO/IEC 17025 (requisitos para laboratorios de calibración y prueba).
- Acreditación vigente ante la EMA (Entidad Mexicana de Acreditación)
- Patrones de referencia de alta exactitud, trazables a patrones nacionales e internacionales
- Procedimientos de calibración basados en normas y recomendaciones nacionales e internacionales.
- Instalaciones con condiciones ambientales controladas que aseguren la reproducibilidad de los servicios.

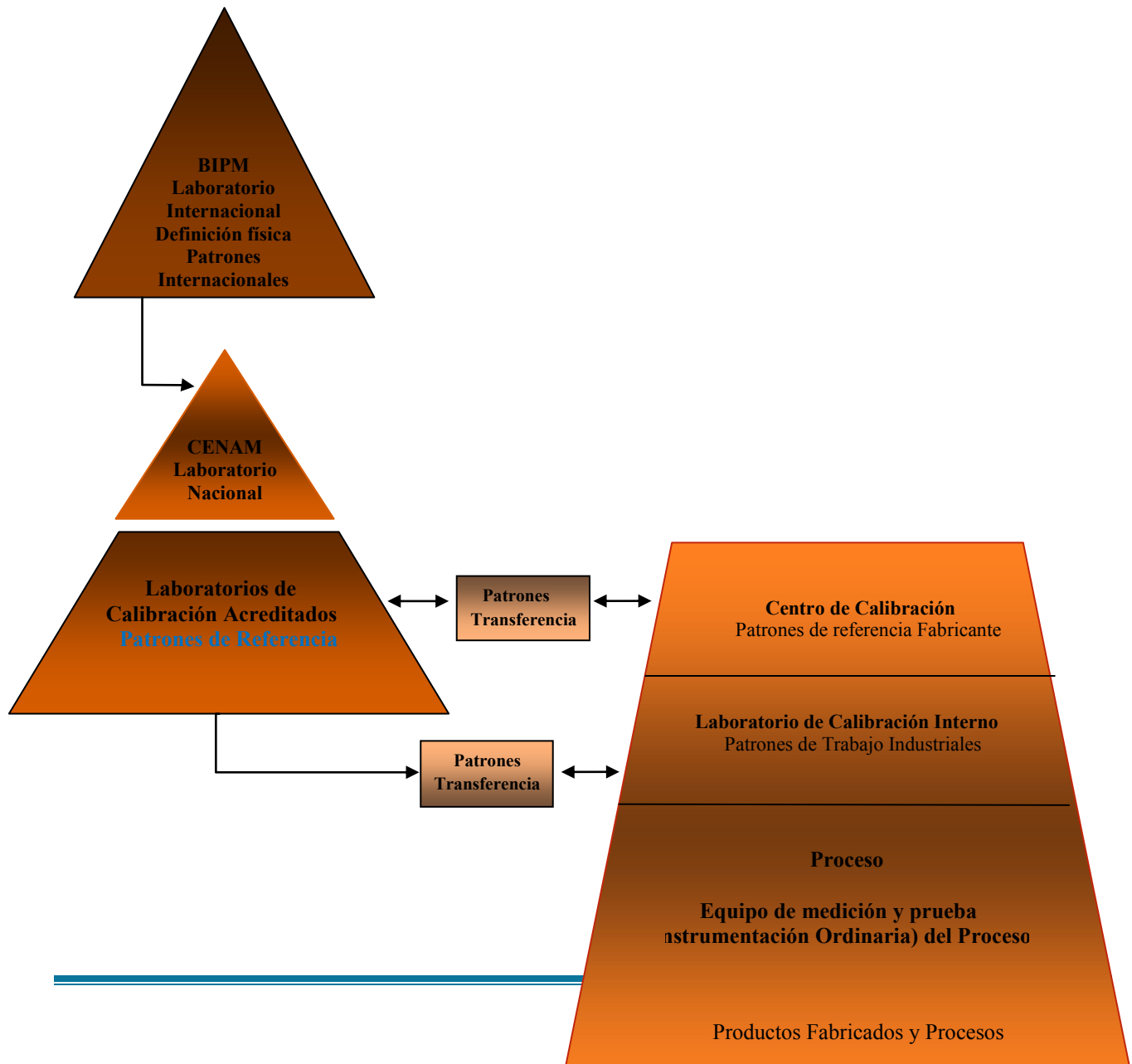
Considerando los puntos anteriores podemos decidir entre: Elegir un laboratorio de prestigio y renombre y tener la confianza de que el servicio es el indicado, o a su vez implementar un programa de calibración interno y tener la plena seguridad de que lo que se está haciendo es lo correcto.

Los certificados de calibración de materiales volumétricos emitidos en el laboratorio deben incluir toda la información necesaria para asegurar la trazabilidad de las medidas. El cálculo de la incertidumbre de medida deberá estar realizado conforme a norma, a fin de asegurar una metodología del trabajo con plena garantía técnica. El laboratorio emite certificados de calibración de los **materiales volumétricos** en formato digital con lo que se mejora su gestión y se reducen los tiempos de ejecución de los trabajos.

Laboratorio Interno en planta

La labor de los laboratorios de calibración internos es calibrar regularmente los equipos de medición y prueba, utilizados en la compañía con sus patrones de referencia que son calibrados con trazabilidad a un laboratorio de calibración acreditado o al (CENAM)³⁰

Figura 24. Esquema de Jerarquía de Calibración.³⁰



A pesar de que el *Laboratorio de Calibración Interno* se encuentra en la parte más baja de la pirámide de trazabilidad metrológica, es aquí donde se realiza la evaluación así como la toma de decisiones del uso o rechazo de la instrumentación ya que ningún Laboratorio de servicio calibración emite reportes con recomendaciones del periodo de calibración ni de conformidad.

3.2 Importancia de la Calibración en el área de producción

La calibración y trazabilidad son cruciales para el trabajo diario en el laboratorio, principalmente en las actividades de producción, desarrollo e investigación, algunas razones del porqué, son las siguientes:

- Repetibilidad del proceso
- Transferencia de procesos
- Intercambio de instrumentos
- Incremento del tiempo efectivo de producción
- Cumplimiento del sistema de calidad

3.2.1 Repetibilidad del Proceso

La calibración de los instrumentos se puede ver alterada por muchas cosas incluyendo inicialización inadecuada por configuración o instalación inapropiada, contaminación, daños físicos, o deriva en el tiempo. Algunas veces este cambio en la calibración provoca cambios en la calidad del producto o servicio. Estos cambios en la calidad pueden ser advertidos mediante rutinas de calibración de los instrumentos, protegiendo así la repetibilidad de su proceso.

3.2.2 Transferencia de Procesos

Transferir un proceso desde el departamento de desarrollo o de ingeniería al piso de producción; entre máquinas de producción o de un laboratorio de investigación a otro, puede ser una tarea difícil. Debido a esto es crítico calibrar variaciones en las mediciones, debido a la diferencia en la calibración de instrumentos que puedan afectar seriamente la calidad e integridad del proceso.

Por ejemplo, una medición de presión en una maquina en desarrollo, la cual es repetible día con día produciendo el resultado deseado, puede tener errores debido a una calibración incorrecta. Repetir el proceso en producción llega a ser un problema dado que la presión que se desea reproducir es desconocida.

La capacidad de transferencia es también cuando se va de un sistema de producción al siguiente. Un procesos puede trabajar muy bien en una máquina de producción pero reproducir esto en otra máquina puede ser difícil.

Si se está realizando investigación los resultados podrán ser fácilmente duplicados o verificados si el proceso de medición ha sido calibrado y trazable a patrones nacionales.

3.2.3 Intercambio de instrumentos

La habilidad para actualizar o reemplazar un instrumento dentro de la ruta de producción sin afectar el proceso es esencial.

Algunas veces los instrumentos llegan a dañarse y deben ser reemplazados. Igualmente es importante actualizar la instrumentación a medida que nuevas tecnologías son desarrolladas para mantenerse competitivo. Mantener la calibración de los instrumentos asegura la posibilidad de reemplazar los instrumentos, por falla o actualización tecnológica, sin afectar el tiempo de operación del proceso.

3.2.4 Incremento del tiempo efectivo de producción

Un proceso puede ser interrumpido por cualquier cantidad de razones, algunas de las cuales están fuera de control. Asegurando la calibración de sus instrumentos, se puede minimizar el error de los instrumentos como causa de paro.

Un programa de calibración no solo incrementará sus tiempos efectivos de producción mediante la predicción y la prevención, además permitirá descubrir problemas de instrumentación antes de que causen una falla completa.

Descubrir problemas potenciales con anterioridad en el proceso permitirá evitar una situación crítica cuando un instrumento repentinamente falle parando la producción.

3.2.5 Cumplimiento del Sistema de Calidad

Los servicios de calibración, trazables a patrones nacionales, son la única manera para asegurar que las mediciones requeridas del proceso son correctas, documentadas y en cumplimiento con las normas y recomendaciones nacionales e internacionales del sistema de calidad.

Muchas compañías buscan la certificación ISO 9000, lo cual demanda la documentación del proceso, y dado los parámetros instrumentales de este, son aspectos críticos de la documentación, es crucial asegurar que los estos parámetros son correctos y trazables.

- ISO 9000 Requerimientos del sistema de Calidad
- Control de Equipos de Monitoreo y Medición
- Los instrumentos de monitoreo y medición deberán ser calibrados o verificados a intervalos especificados o antes de su uso; contra equipos trazables a patrones de medición nacionales o internacionales o internacionales.
- Los servicios de calibración, trazables a patrones nacionales, son la única manera para asegurar que las mediciones requeridas del proceso son correctas, documentadas y en cumplimiento con las normas y recomendaciones nacionales e internacionales del sistema de calidad.
- Cumplimiento del sistema de calidad²²

3.2.6 Repetibilidad del Proceso

La calibración de los instrumentos se puede ver alterada por muchas cosas incluyendo inicialización inadecuada por configuración o instalación inapropiada, contaminación, daños físicos, o deriva en el tiempo. Algunas veces este cambio en la calibración provoca cambios en la calidad del producto o servicio. Estos cambios en la calidad pueden ser advertidos mediante rutinas de calibración de los instrumentos, protegiendo así la repetibilidad de su proceso.

3.2.7 Transferencia de Procesos

Transferir un proceso desde el departamento de desarrollo o de ingeniería al piso de producción; entre máquinas de producción o de un laboratorio de investigación a otro, puede ser una tarea difícil. Debido a esto es crítico calibrar variaciones en las mediciones, debido a la diferencia en la calibración de instrumentos que puedan afectar seriamente la calidad e integridad del proceso.

Por ejemplo, una medición de presión en una maquina en desarrollo, la cual es repetible día con día produciendo el resultado deseado, puede tener errores debido a una calibración incorrecta.

Repetir el proceso en producción llega a ser un problema dado que la presión que se desea reproducir es desconocida.

La capacidad de transferencia es también cuando se va de un sistema de producción al siguiente. Un procesos puede trabajar muy bien en una máquina de producción pero reproducir esto en otra máquina puede ser difícil.

Si se está realizando investigación los resultados podrán ser fácilmente duplicados o verificados si el proceso de medición ha sido calibrado y trazable a patrones nacionales.

3.2.8 Intercambio de instrumentos

La habilidad para actualizar o reemplazar un instrumento dentro de la ruta de producción sin afectar el proceso es esencial.

Algunas veces los instrumentos llegan a dañarse y deben ser reemplazados. Igualmente es importante actualizar la instrumentación a medida que nuevas tecnologías son desarrolladas para mantenerse competitivo.

Mantener la calibración de sus instrumentos asegura la posibilidad de reemplazar los instrumentos, por falla o actualización tecnológica, sin afectar el tiempo de operación de su proceso.

3.2.9 Incremento del tiempo efectivo de producción

Un proceso puede ser interrumpido por cualquier cantidad de razones, algunas de las cuales están fuera de control. Asegurando la calibración de sus instrumentos, se puede minimizar el error de los instrumentos como causa de paro.

Un programa de calibración no solo incrementa el tiempo efectivo de producción mediante la predicción y la prevención, además permitirá descubrir problemas de instrumentación antes de que causen una falla completa.

Descubrir problemas potenciales con anterioridad en el proceso permitirá evitar una situación crítica cuando un instrumento repentinamente falle parando la producción.

3.2.10 Cumplimiento del Sistema de Calidad

Los servicios de calibración, trazables a patrones nacionales, son la única manera para asegurar que las mediciones requeridas del proceso son correctas, documentadas y en cumplimiento con las normas y recomendaciones nacionales e internacionales del sistema de calidad.

Muchas compañías buscan la certificación ISO 9000, lo cual demanda la documentación del proceso, y dado los parámetros instrumentales de este, son aspectos críticos de la documentación, es crucial asegurar que los estos parámetros son correctos y trazables.

ISO 9000 Requerimientos del sistema de Calidad

Control de Equipos de Monitoreo y Medición

Los instrumentos de monitoreo y medición deberán ser calibrados o verificados a intervalos especificados o antes de su uso; contra equipos trazables a patrones de medición nacionales o internacionales o internacionales.

Los servicios de calibración, trazables a patrones nacionales, son la única manera para asegurar que las mediciones requeridas del proceso son correctas, documentadas y en cumplimiento con las normas y recomendaciones nacionales e internacionales del sistema de calidad.

3.3 Trazabilidad Metrológica

Se puede definir como: la propiedad del resultado de una medición o de un patrón, tal que éstos puedan ser relacionados con referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, mediante una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.

La trazabilidad metrológica requiere una jerarquía de calibración establecida. (Carta de Trazabilidad)

La especificación de la referencia debe incluir la fecha en la cual se utilizó dicha referencia, junto con cualquier otra información metrológica relevante sobre la referencia, tal como la fecha en que se haya realizado la primera calibración en jerarquía. (Registro de Calibración)

Para las mediciones de más de una magnitud de entrada en el modelo de medición, cada valor debiera ser metrológicamente trazable y la jerarquía de calibración puede tener forma de estructura ramificada o una red.³⁰

Incertidumbre de medición

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

La incertidumbre de la medición para cada paso en la cadena de la trazabilidad debe ser calculada de acuerdo a los métodos definidos en la GUM (NMX CH-140), cuando un sistema particular de medición quede fuera del alcance de la norma, el laboratorio debe presentar un método validado generalmente aceptado. En ambos casos debe ser declarada a cada paso de la cadena de tal manera que la incertidumbre para la cadena completa pueda ser calculada. Estas incertidumbres deben de estar soportadas matemáticamente y estarán representadas como incertidumbres expandidas, usando un del nivel de confianza aproximadamente del 95%.

Cadena de Medición

Cadena in-interrumpida de comparaciones, la cadena debe de tener origen en patrones de medición nacionales o internacionales que realicen las unidades del SI, pueden pasar por patrones de laboratorios y serie de elementos de un instrumento de medición o de un sistema de medición, que constituye la trayectoria desde la entrada hasta la salida de la señal de medición.

Patrón

Medida materializada, aparato de medición o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad, o uno o varios valores conocidos de una magnitud, para servir de referencia.³⁰

Patrón Internacional

Patrón reconocido por un acuerdo internacional para utilizarse internacionalmente como base para asignar valores a otros patrones de la magnitud concerniente.

Patrón Nacional

Patrón reconocido por una decisión nacional en el país, que sirve de base para asignar valores a otros patrones de la magnitud concerniente.

Patrón de Transferencia

Patrón utilizado como intermediario para comparar patrones.

De Acuerdo con la OIML, (Organisation Internationale de Métrologie Légale.) En una carta de trazabilidad se debe encontrar o referenciar la siguiente información, para cada uno de los diferentes patrones de referencia.

- Principio de construcción y ejecución del patrón.
- Incertidumbre, y relación de exactitud entre un nivel y otro.
- Alcance y tipo de medición.
- Método de referencia y dispositivo de transferencia.
- Estabilidad del Patrón y reproducibilidad de las mediciones.
- Periodo de re-calibración
- Mecanismos para la conservación del patrón



A continuación se muestra un ejemplo de una carta de trazabilidad de una pipeta mecánica de la marca Mettler Toledo

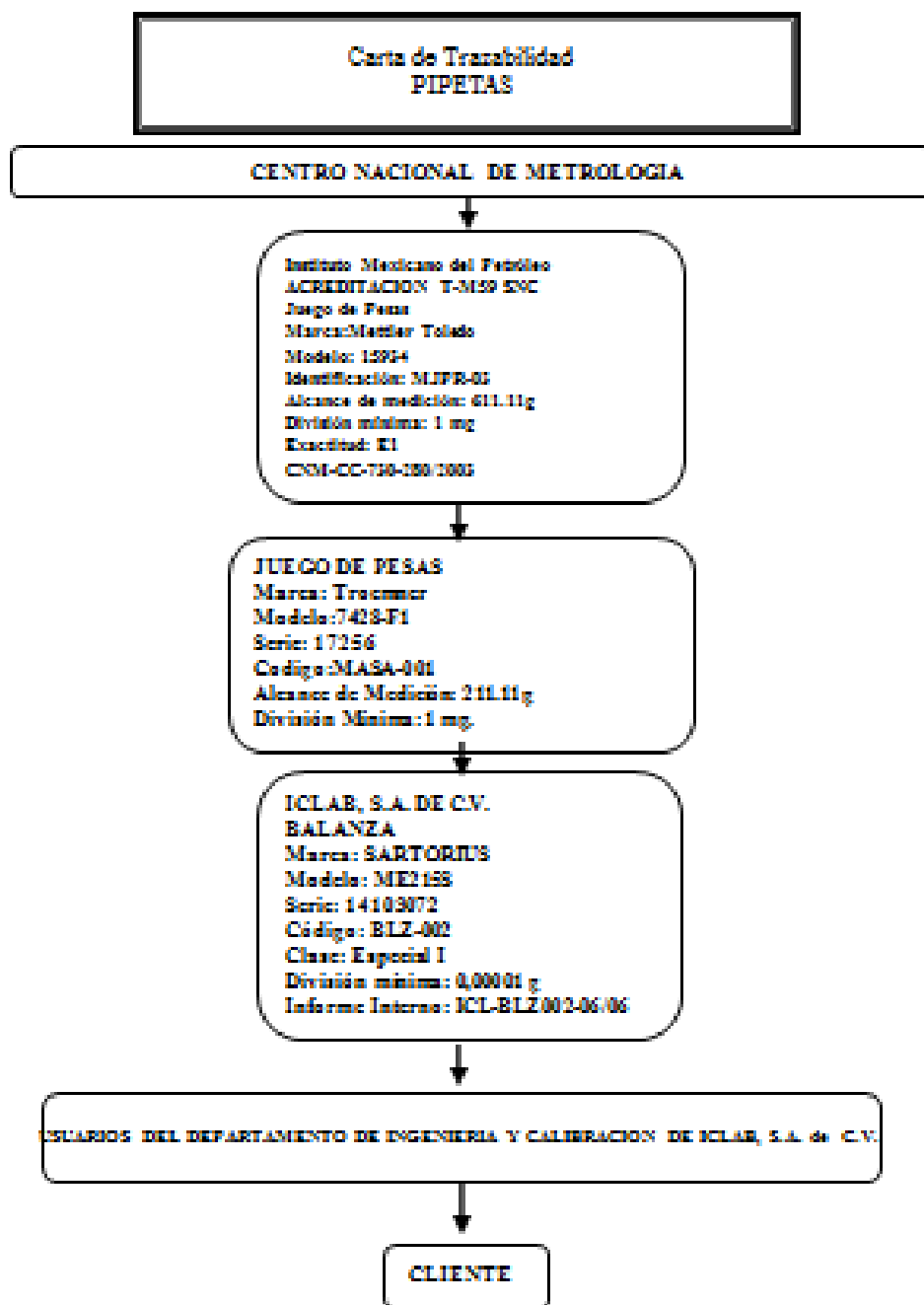


Figura 25. Esquema de Una carta de Trazabilidad (Pipetas)

3.4 Verificación (de la calibración)

El término “verificación” suele ser problema de confusión en su alcance o aplicación, para los metrologos o usuarios de sistemas de gestión, en sus diferentes acepciones o aplicaciones, tales como la: ”Evaluación de la conformidad” mediante verificación y aprobación aplicada al control legal de instrumentos de medición la cual consiste en revisar, inspeccionar, ensayar, comprobar, supervisar, o realizar cualquier otra función que establezca y documente que los elementos, procesos, servicios o documentos están conformes con los requisitos especificados.³³

Por definición tenemos:

Conjunto de operaciones que es utilizado para **comprobar** si las indicaciones, bajo condiciones específicas, corresponden con un conjunto dado de mensurados conocidos dentro de los límites de un diagrama de calibración predeterminado. *Este término es utilizado en el enfoque de incertidumbre.*

La incertidumbre conocida del mensurando utilizada para verificación generalmente será despreciable con respecto a la incertidumbre asignada al instrumento en el diagrama de calibración.

La misma norma IEC 60050, pero ahora en el área de instrumentación en el contexto de las pruebas, errores de medición y varios parámetros concernientes a la instrumentación como son los instrumentos, sistemas, equipos y detectores, nos da la definición de comprobación de calibración traducida al español por la misma norma como “test de calibración” Test de calibración, Comprobación de un instrumento, componente o sistema para asegurar que su exactitud de respuesta es aceptable.²¹

En cierto modo, puede decirse que la verificación de la calibración es una calibración “relativa” ya que no se está tan interesado en el resultado final como en saber si, a partir de ese resultado, se cumplen o no con los requisitos especificados. Para pronunciarse al respecto, debe tenerse en cuenta la incertidumbre asociada al resultado.

3.4.1 Verificaciones Intermedias

La verificación como control metrológico, nos permite conocer si una magnitud ésta comprendida dentro de ciertos valores, si la magnitud cumple o no unas determinadas condiciones previamente especificadas, es decir si es válida o inservible, un atributo.¹⁴

La verificaciones intermedias deben ser incluidas en los procedimientos de **Verificación de la calibración**, de acuerdo con procedimientos establecidos en un Programa de Calibración, las cuales se llevan a cabo las veces que sean necesarias para mantener la confianza en el estado de calibración de los patrones: primarios, de referencia, transferencia, trabajo, y material volumétrico certificado, En ningún caso los resultados de la verificación y/o comprobación sustituyen a una calibración (NMX-EC-17025-IMNC-2006), mas sin embargo es una manera fundamental de comprobar y/o garantizar la **estabilidad metrológica** de los instrumentos y, patrones ya antes

mencionados, o en otro la de **deriva** instrumental se logra a través de la verificación de la calibración periódica.

El análisis de los valores registrados en los informes o certificados son un tipo acciones realizadas y tomadas como responsabilidad por el Laboratorio interno por el Área de Metrología y Aseguramiento de Calidad, la conservación de los instrumentos, patrones y equipos, reportes de los registros de calibración y verificación interna. Un ejemplo de cómo mantener la trazabilidad de un instrumento, es la verificación diaria, la cual puede ser realizada el usuario, la persona encargada o responsable del Laboratorio interno, el resultado es representado por un valor absoluto versus el valor máximo permitido (tolerado), el patrón (trabajo) utilizado para la verificación diaria puede ser de igual o menor incertidumbre que el patrón utilizado. Para la **verificación de la calibración** la cual nos proporciona como resultado una incertidumbre y un veredicto conforme o no conforme, el patrón utilizado para la verificación de calibración puede ser de igual o menor incertidumbre que el patrón utilizado para la Calibración. En caso de utilizarse un patrón de menor incertidumbre (declarada) para la calibración del patrón o instrumento utilizado en la verificación de calibración este quedara **degradado**.

3.4.2 Proceso de Confirmación Metrológica

Cuando solicitamos o realizamos la calibración de nuestro instrumento de medición, debemos: observar que el proceso de calibración es con el cual inicia la confirmación metrológica de nuestro sistema de medición; darnos cuenta que un proceso de confirmación metrológica confiable, no se asegura solo con la calibración. Sino que debemos complementarlos con los procesos de: verificación metrológica de resultados de la calibración y toma de decisiones y acciones; en base a los resultados de la evaluación de la conformidad de los resultados, contra los requisitos de nuestro proceso, requisitos que se obtienen mediante la evaluación de consistencia. El proceso de confirmación metrológica, debe ser definido e implementado, por el responsable de gestión metrológica de la organización, con la funciones sobre el sistema de control de las mediciones. Este proceso puede interrelacionar e involucrar a diferentes proveedores, como: laboratorios de calibración/prueba, centros de servicio para reparación/mantenimiento, suministro de instrumentos; proveedores que deben ser seleccionados en base a requisitos de sistemas de calidad como: ISO 17025 (1999), ISO 10012 (2003) e ISO 9001 (2000). De acuerdo con ISO 10012 (2003), el proceso de confirmación metrológica se define de acuerdo con el diagrama de flujo mostrado. ³²

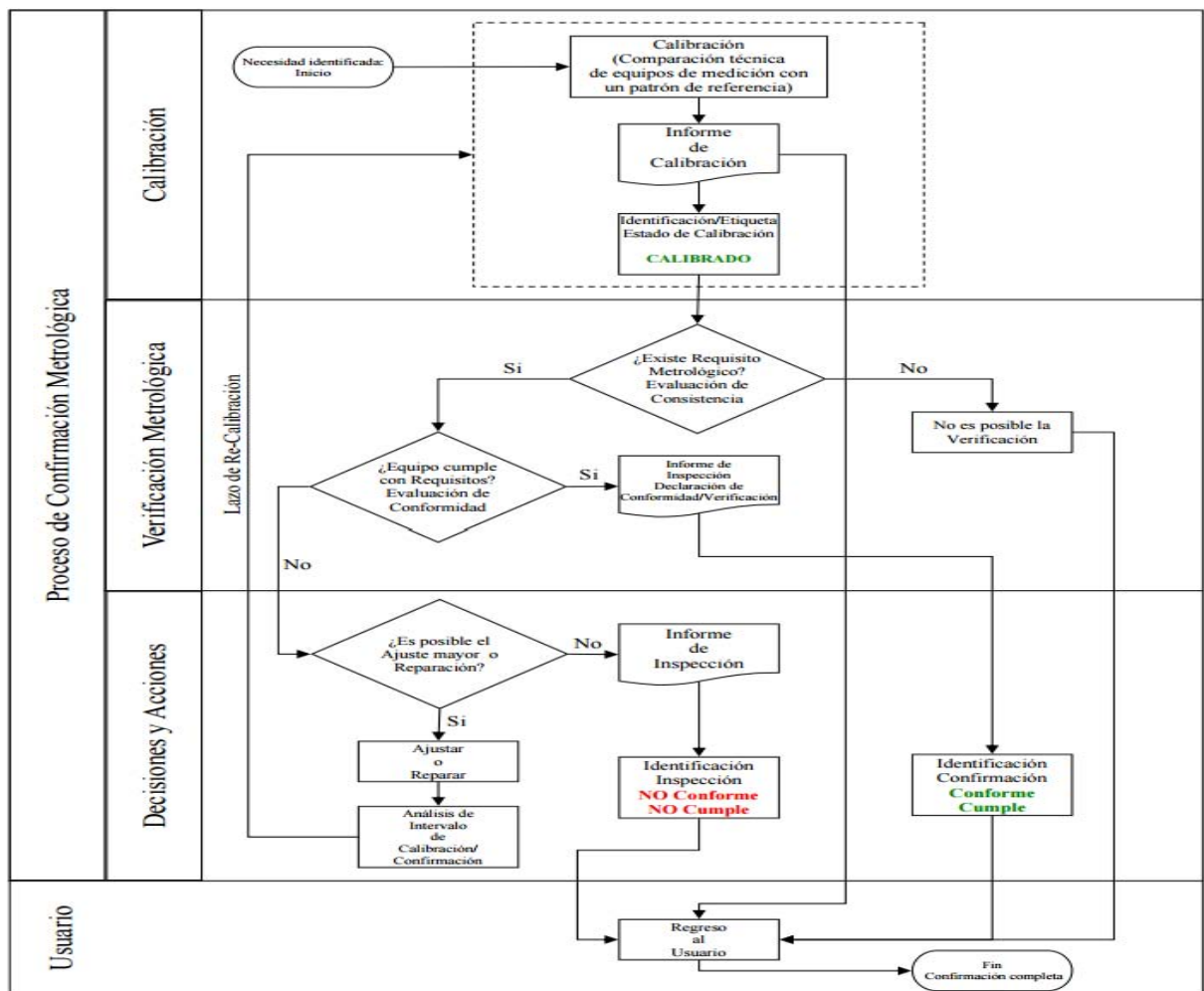


Figura 26. Proceso de confirmación metrológica.

Tabla 3. Alcances e incertidumbres típicos de Medición esperados para los laboratorios de servicios de calibración para recipientes volumétricos. La información que se presenta en la siguiente tabla son las tolerancias y rangos de aceptación

Magnitud Volumen	Alcance	Incertidumbre de medición esperada k = 2 mayor o igual a:
Calibración en micro volumen	0,001 mL a 0,010 mL	± 3,2 % del Volumen
	0,02 mL a 1 mL	± 1 % del volumen
Calibración depipetas	1 mL	± 0,5% del volumen
	2 mL a 25 mL	± 0,02 % del Volumen
	50 mL a 100 mL	± 0,004 % del volumen
Calibración de Matraces volumétricos	1 mL a 50 mL	± 0,01 % del volumen
	100 mL a 2 000 mL	± 0,05 % del volumen
Calibración de probetas	5 mL a 50 mL	± 0,005 % del volumen
	100 mL a 1 000 mL	± 0,01 % del volumen
Calibración de bureta	5 mL a 50 mL	± 0,02 % del volumen
Picnómetros	25 mL a 100 mL	± 0,004% del volumen
Recipientes metálicos con cuello graduado	1 L a 5 L	± 0,05 % del volumen
Recipientes metálicos con cuello graduado	6 L a 20 L	± 0,025 % del volumen
Recipientes metálicos con cuello graduado	21 L a 50 L	± 0,01 % del volumen
Recipientes volumétricos especiales	5 mL a 4 L	Depende del recipiente

(Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en los servicios de calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico, 2005).³⁴

4.0 MÉTODO GRAVIMÉTRICO

El sistema métrico fue diseñado alrededor del metro que es su unidad fundamental de longitud. Todas las características esenciales del sistema fueron incluidas en la presentación que se hizo ante la Asamblea Nacional de Francia en 1791. Por consiguiente, fue originalmente un sistema nacional y no obtuvo reconocimiento internacional hasta 1889.

Por definición, el metro sería igual a la diezmillonésima parte de un cuadrante del meridiano terrestre. El kilogramo sería el peso de un volumen de agua pura, a la temperatura de su mayor densidad, que ocupara el espacio de un decímetro cúbico (la milésima parte de un metro cúbico). Proponer tal sistema es una cosa, pero para hacerlo práctico, es necesario basarse en las normas ya establecidas. La unidad de longitud francesa en 1791, era llamada “toise” y la determinación de la distancia meridional se hizo utilizando aquella medida. Del valor calculado se construyó una barra de platino para servir de patrón, la cual fue llamada “Metre des Archives”. Entonces se definió el metro como la distancia entre los centros de las caras opuestas, a lo largo de esa barra, a la temperatura de fusión del hielo.⁴¹

Para determinar el peso de un decímetro cúbico de agua se empleó el principio de Arquímedes, esto es, “que todo cuerpo sumergido es sostenido a flote por una fuerza igual al peso del volumen de agua desplazada por el mismo”. Esto se logró pesando hidrostáticamente un cilindro de bronce que se había medido cuidadosamente, del resultado, por comparación, se ajustó el peso de un patrón de platino y se le denominó “Kilogramme des Archives”.

El sistema métrico fue estudiado extensamente por una comisión internacional durante varios años antes de reconocerlo en 1889. Nuevas determinaciones del kilogramo demostraron un pequeño error en el patrón original pero se decidió que el Kilogramo Internacional debía basarse en el “Kilogramme des Archives”, en su forma y uso existente. Así fue como el kilogramo se hizo una unidad fundamental, en vez de unidad derivada, y se abandonó la definición del peso de un decímetro cúbico de agua pura.⁴¹

El nombre que se había propuesto para el volumen del decímetro cúbico era el litro. Debido al error encontrado en el patrón del kilogramo fue necesario elegir entre llamar litro al volumen del decímetro cúbico, sabiendo que su peso no sería un número redondo, o cambiar la definición en términos del kilogramo internacional. Esto último fue aceptado en 1901, y la nueva definición del litro es el volumen ocupado por un kilogramo de agua pura a la temperatura de mayor densidad (3.98°C.-generalmente se usa 4°C.) y bajo una presión atmosférica normal. Entonces, un litro equivale a 1.000028 decímetros cúbicos o con medida más corriente:

1 mililitro = 1.000028 centímetros cúbicos.

El método de medición aplicable a la calibración de recipientes volumétricos de estos PNO'S es el *Método Gravimétrico*, en donde se determina la masa de agua destilada a partir de la diferencia del peso de la masa del recipiente vacío y el peso de la masa del recipiente de agua; se registra la temperatura ambiental, temperatura del agua, presión atmosférica y humedad relativa, para realizar la evaluación del volumen a temperatura de referencia.

En concreto, se va a determinar el volumen contenido en un recipiente (referido a una temperatura de 20° C) a partir de la pesada del volumen de agua purificada contenida en dicho recipiente. La densidad del agua destilada se conoce en función de la temperatura de la prueba.

Dentro de los procesos de calibración de instrumentos o equipos que miden magnitudes físicas, los procesos de calibración directos son aquellos en los que el valor conocido o generado (universalmente a partir de un patrón físico o de un material de referencia certificado) se expresa

en la misma magnitud que mide el equipo, y pueden clasificarse en diversos tipos. Uno de estos métodos es el de reproducción de la definición de la magnitud.

En este caso no se va a utilizar directamente ningún patrón de referencia de la misma magnitud que se desea medir en el proceso de calibración (paso que suele ser crucial en la mayoría de calibraciones de equipos o instrumentos de medida físicos), sino que se va a medir una magnitud (volumen) a través de la medida de otra magnitud (masa) y de una relación entre las dos (densidad conocida), por lo tanto se le considera un método indirecto.

Es importante puntualizar que, aunque no se va a utilizar ningún patrón de la magnitud que se desea medir (volumen), es trazable, ya que la medida de peso que nos servirá para calcular la medida de volumen debe obtenerse con una balanza calibrada con pesas certificadas.

NOTA: Los instrumentos graduados como son probetas, buretas y pipetas graduadas; así como las pipetas de pistón, se calibran en tres puntos que son: el volumen nominal, el 50% del volumen nominal y el 10% del volumen nominal.

Se entiende que el resultado de una medición, el cual incluye la expresión de su incertidumbre, depende de diversos elementos, entre otros de: un sistema de medición que incluye equipos e instrumentos para medir: las condiciones del laboratorio o del sitio donde se realiza la medición; el método de medición que se utiliza y la competencia del personal que efectúa la medición.

Como método de medición tenemos la siguiente definición:

Método de medición: Secuencia lógica de operaciones, descritas de manera genérica, utilizada en la ejecución de mediciones.³⁵

El procedimiento de medición aplicable al método Gravimétrico se resume en los siguientes puntos:

- Limpieza del recipiente volumétrico que se pretende calibrar
- Condiciones de temperatura y humedad de referencia del recipiente, de los equipos y laboratorio donde se realiza la calibración.
- Llenado con agua destilada y ajuste del menisco.
- Determinación de la masa de agua.
- Registro de la temperatura del agua.
- Registro de condiciones ambientales.
- Cálculo de volumen.
- Resultados de la medición y estimación de incertidumbre

5.0 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Si bien la calibración del material volumétrico debe ser realizada por convicción debido a que su ejecución aporta valor al sistema de calidad, la principal razón de su calibración suele ser como requerimiento normativo o legal. En ambos casos debe ser una operación planificada y sus resultados deben ser verificados conformes a un criterio de aceptación/rechazo preestablecido.

En Latinoamérica México junto con Brasil cuentan con los mercados de medicamentos con mayor valor en la región, México es uno de los principales mercados de insumos para la salud en el mundo y la Industria Farmacéutica establecida en el país es considerada sólida y competitiva a nivel regional.

De acuerdo con los Censos Económicos 2009 del Instituto Nacional de Estadística y Geografía (INEGI), en la clasificación de las 10 clases de actividad más importantes según la producción bruta total, la fabricación de preparaciones farmacéuticas es la novena actividad más importante de la economía mexicana y es la cuarta más destacada en el sector manufacturero.

(Datos económicos- Cámara Nacional de la Industria Farmacéutica)

Por tanto es un compromiso avalar y asevera que los resultados declarados durante del análisis de estos productos.

La calibración es fundamental para el aseguramiento de la calidad; el que se realice de forma veraz y oportuna, la cual debe de quedar establecida en un programa de calibración, que a su vez se ve reflejada principalmente en los resultados analíticos. Durante la producción de medicamentos se cuida y vigila el cumplimiento de esta calidad desde la llegada de una materia prima hasta la salida de la misma como producto terminado debiese ser lo único o lo más importante, en general la finalidad de la calibración no es solo establecer con exactitud que los resultados que indica un instrumento de medida sean los mismos que la magnitud que se mide con él. Puede ocurrir que para un instrumento muy confiable las correcciones sean cero. Pero esto se sabe sólo si el instrumento ha sido calibrado.

Esto se logra con un patrón de referencia que sea reconocido y tenga trazabilidad al CENAM (Centro Nacional de Metrología). Los recipientes volumétricos son parte fundamental del material de laboratorio utilizado en las mediciones volumétricas y el análisis químico, el cual forman parte de la rutina diaria de cualquier laboratorio certificado y de servicio de calibración, así como la implementación, mantenimiento preventivo y/o Calibración de Material volumétrico de vidrio.

La calibración debe efectuarse periódicamente a intervalos que deben ser definidos de acuerdo a la frecuencia y tipo de utilización de instrumentos.

Esta tesis tiene como finalidad presentar los PNO'S, para materiales volumétricos; clasificados para contener (PC) y para entregar (PE), como son matraces aforados probetas, buretas y pipetas volumétricas.

6.0 OBJETIVO GENERAL.

A través de los PNO'S, establecer los cuidados y metodología para realizar la verificación de la calibración del material volumétrico de vidrio, con el objetivo de garantizar el estado de calibración y a su vez respaldar la confiabilidad de los resultados obtenidos, estableciendo la importancia de la verificación como parte esencial de la confirmación metrológica.

7.0 METODOLOGÍA

7.1 Revisión Bibliográfica

Se lleva cabo la revisión bibliográfica en guías de calibración y cálculo de Incertidumbre del CENAM, que en este caso es el máximo organismo a nivel Regional y Normas Oficiales Mexicanas.

Revisión y aplicación de la ISO 9001 2008 para la Elaboración de Documentos y Calibración al ser Requerimientos Internacionales.

7.1.2 Clasificación de los Procedimientos.

7.1.2.1 PNO aplicado a material para contener (PC)

7.1.2.2 PNO aplicado a material para entregar (PE)

7.3 Elaboración de PNO'S

La elaboración de los PNO'S se realiza de acuerdo a los requisitos de la Norma ISO 9000:2000 fracción 4.2.3 Control de documentos. Los cuales contienen los siguientes puntos:

- Título, Numero de procedimiento,
- Fecha de Emisión,
- Fecha de revisión,
- Política
- Objetivo
- Alcance
- Responsabilidades
- Procedimientos
- Quién elaboró
- Aprobación
- Lista de distribución de copias
- Control de Cambios

7.4 Revisión de los PNO'S

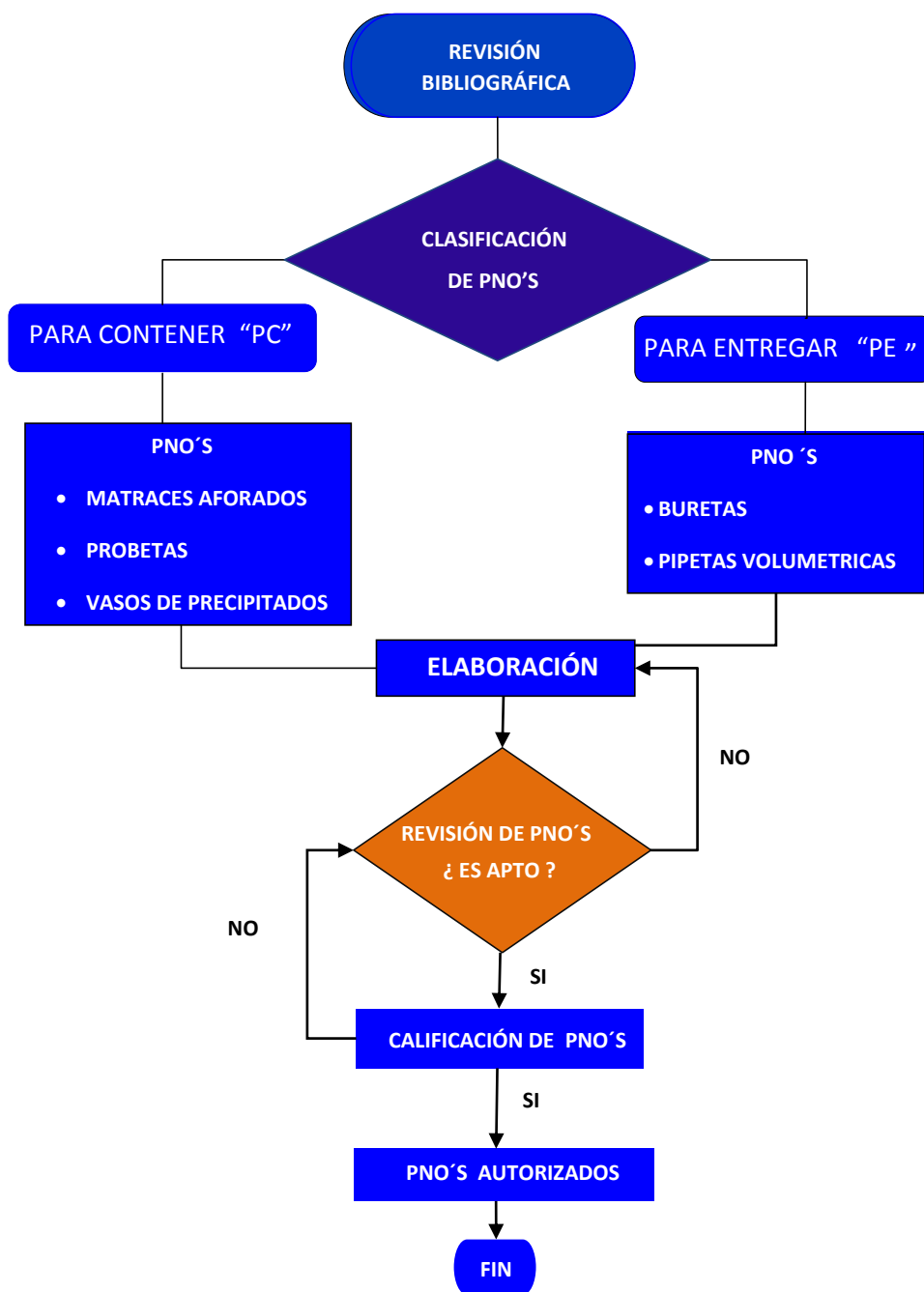
La revisión la llevara a cabo la persona encargada del Sistema de Calidad.

7.5 Aprobación del procedimiento

Si no hay correcciones entonces serán autorizados, por el Responsable Sanitario.

7.6 Diagrama de Flujo.

A continuación se muestra en un diagrama de flujo, como se realizó la obtención de los Procedimientos Normalizados de Operación para material volumétrico, usando la Gravimetría como medida de dicha actividad.




8.0 RESULTADOS

8.1 PNO de Verificación de Calibración de Matraces.

El PNO se revisó 3 veces, durante la calificación del PNO el personal obtuvo los siguientes resultados los cuales fueron documentados en el “REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES” FORMATO 005-123-A (ANEXO 9.1)

8.1.1 REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES, FORMATO 005-123-A (ANEXO 9.1)



LABORATORIO S.A.
ÁREA DE METROLOGÍA

REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES

Fecha:	10 OCT 15	Número de informe:	101015-7
Material:	Matraz Volumétrico	Balanza:	Bal-02
Marca:	Kimax	Marca:	Mettler
Modelo:	sin modelo	Termohigrómetro:	717
Cap. nominal:	500 mL.	Marca:	Control Company
Procedimiento:	001-001	Termómetro:	Ter-01
		Marca:	Brannan

Condiciones ambientales	Temperatura:	23°C	Humedad Relativa:	43%	Presión Atm:	585 mmHg
-------------------------	--------------	------	-------------------	-----	--------------	----------

Masa de material vacío: 180.678

Página 1

Graduación o Volumen nominal (ml)	Mediciones									
	1		2		3		4		5	
	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)
500	20	679.20	20	679.34	20	679.23	20	679.15	20	679.13
500	20	679.21	20	679.35	20	679.23	20	679.16	20	679.13
500	20	679.22	20	679.35	20	679.23	20	679.15	20	679.15
500	20	679.21	20	679.36	20	679.23	20	679.14	20	679.15
500	20	679.21	20	679.35	20	679.23	20	679.15	20	679.14

t= temp. de agua m= masa del agua vertida

Observaciones: ninguna

Elaboró

Químico de Metrología

FORMATO-005-123-A

8.1.2 Los registros fueron llenados con la siguiente Información de acuerdo a Buenas Prácticas de Documentación.

- 1- Fecha en de la verificación.
- 2- Número de informe o reporte.
- 3- Datos del fabricante que vienen impresos en el material volumétrico. (Especificaciones de origen)
- 4- Datos internos de cada uno de los instrumentos utilizados para la realizar la calibración.
- 5- Registro de condiciones ambientales del lugar donde se realiza la calibración.
- 6- Volumen nominal del matraz a calibrar
- 7- Registro de temperatura del agua al realizar el aforo en °C; Magnitud obtenida directamente del termómetro previamente calibrado.
- 8- Masa del agua vertida contenida en el matraz a calibrar, expresada en g; Magnitud obtenida directamente del equipo de medición de masa calibrado.
- 9- Observaciones encontradas en caso de que las hubiese.
- 10- Firma de la persona que realiza la calibración.



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES VOLUMÉTRICOS		Código de Documento PNO-001-01	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 1/9
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia ABRIL 18	

INTRODUCCIÓN

La calibración de material volumétrico es una operación propia de un sistema de calidad, los materiales volumétricos son elementos normalmente de vidrio para facilitar una dosificación o formulación apropiada. Es un material muy utilizado en laboratorios físico-químicos, clínicos y en laboratorios de Investigación y Desarrollo. El material volumétrico cuantifica un volumen determinado mediante una escala impresa, o mediante mecanismos de dosificación. En los elementos de vidrio como matraces, buretas u otros volúmenes tanto la temperatura ambiente como una correcta interpretación del “menisco” son fundamentales para una buena repetibilidad de las medidas. En los elementos de medida como las pipetas la temperatura ambiente y otras fuentes de error son las que se deben considerar para poder realizar una correcta estimación de la incertidumbre.

1.0 OBJETIVO

Elaborar el procedimiento normalizado de operación para la verificación de calibración de matraces volumétricos.

2.0 ALCANCE

Este procedimiento es aplicable al material volumétrico utilizado en mediciones, dentro de un Laboratorio de Control de Calidad.

3.0 RESPONSABILIDADES

Es responsabilidad del Supervisor de Validación de capacitar al personal a su cargo y verificar la correcta aplicación de este procedimiento.

Es responsabilidad del Químico Analista aplicar correctamente este procedimiento.

Es responsabilidad del Gerente de control de calidad garantizar que este procedimiento se aplique correctamente.

ELABORÓ	REVISÓ	AUTORIZÓ
<hr/> Q.F.B. Edson Becerra Amaya Químico de Metrología 04 ABRIL 16	<hr/> Gerente de Aseguramiento de la Calidad. 05 ABRIL 16	<hr/> Responsable Sanitario 07 ABRIL 16



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES VOLUMÉTRICOS		Código de Documento PNO-001-01	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 2 /9
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia ABRIL 18	

4.0 INFORMACIÓN GENERAL

- Verificar que el área de trabajo se encuentre limpia.
- Limpiar cada uno de los aditamentos antes de su uso.
- Durante la calibración, usar lentes de seguridad, guantes de lino y bata

5.0 EQUIPO

A continuación se describen los equipos e instrumentos necesarios para realizar la calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico. Adicionalmente se identifican aquellos instrumentos o equipos utilizados en la medición o monitoreo de las magnitudes que influyen sobre la trazabilidad o la incertidumbre de las mediciones.

Balanza

Balanza con calibración vigente por un laboratorio acreditado, y con una resolución de al menos 1/10 de la tolerancia del instrumento. Para micro volúmenes, la resolución de la balanza deberá estar de acuerdo con la norma ISO-8655-6

Termómetro.

El termómetro para medir la temperatura del agua debe contar con calibración vigente por un laboratorio acreditado, y resolución de 0,1 °C o mejor. Para medir la temperatura del aire la resolución puede ser hasta 1 °C como máximo.

Barómetro.

El Barómetro debe contar con calibración vigente por un laboratorio acreditado, con una resolución de 100 Pa o mejor.

Higrómetro.

El higrómetro debe contar con calibración vigente por un laboratorio acreditado, con una resolución de 10 % o mejor

Nota: Revisar que la balanza tenga la sensibilidad apropiada al material volumétrico que se desea verificar (analítica o semianalítica).



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES VOLUMÉTRICOS		Código de Documento PNO-001-01	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 3/9
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia ABRIL 18	

6.0 PROCEDIMIENTO

Antes de comenzar el método para los diferentes matraces asegúrese que el área donde se van a desarrollar las lecturas esté libre de vibraciones, así como que la balanza a ocupar este sobre una superficie plana y nivelada. Por otra parte debe verificar que esta área esté debidamente controlada en temperatura, pues el aumento en esta generaría un error.

Cada uno de los instrumentos a utilizar para cada uno de los métodos deben estar calibrados y con certificado en el cual se determine su incertidumbre.

6.1 Verificación de la calibración de matraz “Método 1”.

Montar con ayuda de un soporte universal una bureta calibrada llena de agua purificada (verifique que la temperatura de esta se mantenga en 20°C con un variación no mayor de $\pm 0.5^\circ\text{C}$) cerca de la balanza donde determinara los diferentes pesos. Asegurándose que no exista fuga de la llave o que tenga alguna burbuja.

- 6.1.1 Pese el matraz a calibrar (10 veces y obtenga el promedio), esta medida de masa debe registrarla para realizar los cálculos apropiados.
- 6.1.2 Vierta de la bureta 50 ml de agua purificada sobre el matraz hasta el menisco o graduación, tome el peso y registre el dato obtenido en el FORMATO 001-A, (ver Anexo 9.1) No olvide registrar temperatura en cada lectura que realice
- 6.1.3 Quite el agua del matraz y seque. Repita los paso 6.1.1 y 6.1.2 hasta obtener 5 datos. Para volúmenes de 100ml y 250ml repita el mismo procedimiento.
- 6.1.4 Realice cálculos, obtenga la incertidumbre y reporte en el FORMATO-001-B (ver Anexo 9.2)

Presente a la Gerencia de Aseguramiento de Calidad el Reporte, para su autorización.



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES VOLUMÉTRICOS		Código de Documento PNO-001-01	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 5 /9
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia ABRIL 18	

6.2 Calibración de matraz “Método 2”.

Pese el matraz volumétrico (limpio y acondicionado a la temperatura de trabajo 20°C; repita 10 veces y obtenga el promedio) a verificar, esta medida de masa debe registrarla para realizar los cálculos apropiados.

6.2.1 Vierta agua purificada (verifique que la temperatura de esta se mantenga en 20°C) en el matraz hasta ajustar al menisco, tome el peso y registre los datos obtenidos en el FORMATO 123-A (ver Anexo 9.1). No olvide registrar temperatura en cada lectura que realice.

6.2.2 Quite el agua del matraz y seque. Repita los paso 5.2.2 y 5.2.3 hasta obtener 5 datos. Para volúmenes de 20 ml, 25ml, 50ml, 200ml, 250ml y 500ml repita el mismo procedimiento.

6.2.3 Realice cálculos y obtener la incertidumbre, reportaren el FORMATO 124-A (ver Anexo 9.2)

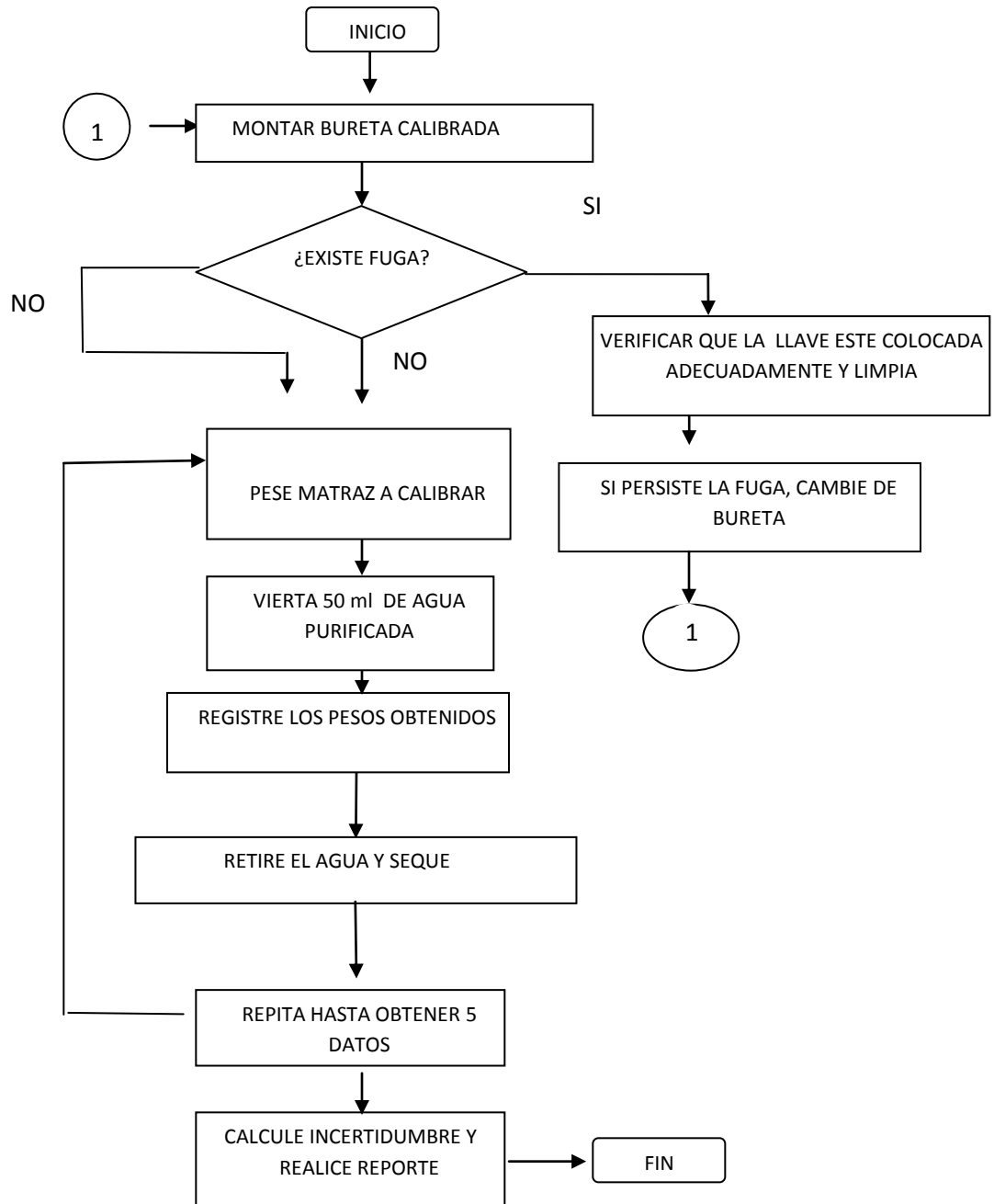
6.2.4 Presente a la Gerencia de Aseguramiento de Calidad el reporte, para su autorización.



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES VOLUMÉTRICOS		Código de Documento PNO-001-01	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 5 /9
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia ABRIL 18	

7.0 DIGRAMA DE FLUJO

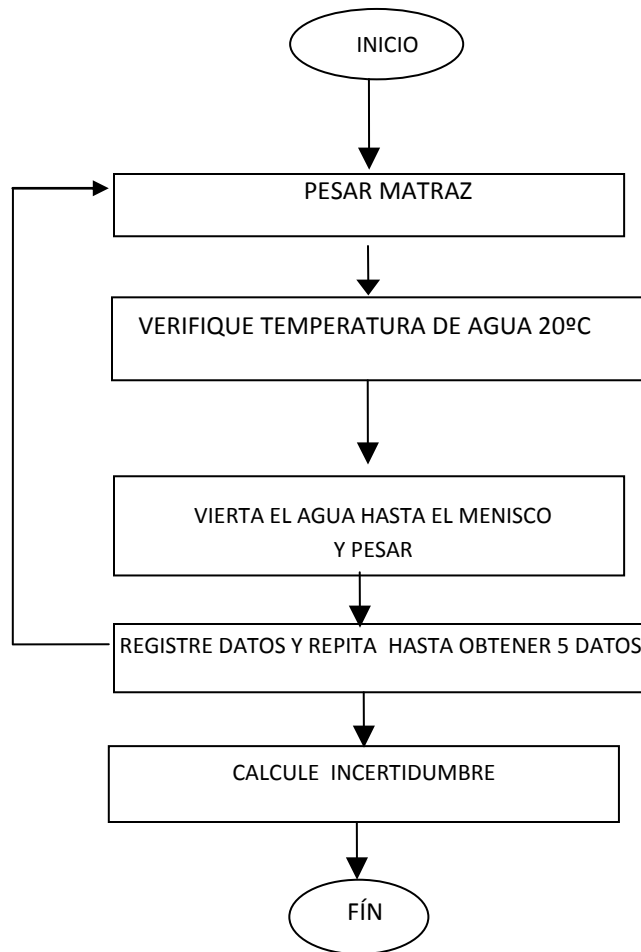
7.1 Verificación de Calibración de matraz “Método 1”





PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES VOLUMÉTRICOS		Código de Documento PNO-001-01	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 6/9
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia ABRIL 18	

7.2 Verificación de la calibración de matraz “Método 2”





PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES VOLUMÉTRICOS		Código de Documento PNO-001-01	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 7/9
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia ABRIL 18	

8.0 BIBLIOGRAFIA

- 8.1** CENAM/EMA. Guía técnica sobre trazabilidad de incertidumbres en los servicios de calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico.
- 8.2** NOM-BB-86-1982. Utensilios y recipientes volumétricos de vidrio para laboratorio especificaciones.
- 8.3** NOM – 059-SSA1-2013. Buenas prácticas de fabricación para establecimientos de la industria química farmacéutica dedicados a la fabricación de medicamentos

9.0 ANEXOS

- 9.1** Registro de Verificación de Calibración de matraces, FORMATO-123-A
- 9.2** Reporte de Verificación de Calibración de matraces. FORMATO-124-A




NOMBRE DE LA EMPRESA

PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES VOLUMÉTRICOS		Código de Documento PNO-001-01	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 8 / 9
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia ABRIL 18	

ANEXO 9.1

Registro de Verificación de Calibración de matraces, FORMATO-005-123-A



LABORATORIO S.A.

ÁREA DE METROLOGÍA

REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES

Fecha:	10 OCT 15	Número de informe:	101015-7
Material:	Matraz Volumétrico	Balanza:	Bal-02
Marca:	Kimax	Marca:	Mettler
Modelo:	sin modelo	Termohigrómetro:	717
Cap. nominal:	500 mL.	Marca:	Control Company
Procedimiento:	001-001	Termómetro:	Ter-01
		Marca:	Brannan

Condiciones ambientales Temperatura: 23°C Humedad Relativa: 43% Presión Atm: 585 mmHg

Masa de material vacío: 180.678

Página 1

Graduación o Volumen nominal (ml)	Mediciones									
	1		2		3		4		5	
t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	
500	20	679.20	20	679.34	20	679.23	20	679.15	20	679.13
500	20	679.21	20	679.35	20	679.23	20	679.16	20	679.13
500	20	679.22	20	679.35	20	679.23	20	679.15	20	679.15
500	20	679.21	20	679.36	20	679.23	20	679.14	20	679.15
500	20	679.21	20	679.35	20	679.23	20	679.15	20	679.14

t= temp. de agua m= masa del agua vertida

Observaciones: ninguna

Elaboró _____
Químico de Metrología

FORMATO-005-123-A



NOMBRE DE LA EMPRESA

PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES VOLUMÉTRICOS		Código de Documento PNO-001-01	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 9/9
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia ABRIL 18	

ANEXO 9.2

Reporte de verificación de la calibración de matraces, FORMATO-005-124-A

LABORATORIOS S. A.

ÁREA DE METROLOGÍA

REPORTE DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES

Fecha: 10 OCT 15	Número de informe: 101015-7
Material: Matraz volumetrico	Balanza: BAL-02
Marca: Kimax	Marca: Mettler
Modelo: Sin modelo	Termohigrómetro: 717
Cap. nominal: 500 mL	Marca: Control Company
Procedimiento: PNO-001-01	Termómetro: TER-01
	Marca: Brannan

Condiciones ambientales: Temperatura: 23°C Humedad Relativa: 43% Presión Atm: 585 mmHg

Masa de material vacío (g):

Graduación o volumen nominal (ml)	Mediciones Realizadas										Masa Promedio (g)	Volumen encontrado (ml)	Incertidumbre
	1		2		3		4		5				
	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)			
500 mL	20	679.21	20	679.35	20	679.23	20	679.15	20	679.14	679.216	499.435	0.1711

t= temp. de agua m= masa de agua vertida

Especificación : + 0.004% del volumen / +0.02mL

Elaboró

Verificó

Nombre
Químico de Metrologia

Nombre
Puesto

FORMATO-005-124-A


10.0 CONTROL DE CAMBIOS

Revisión No.	Fecha	Cambios realizados	Nombre de la persona que emite el cambio
N.A.	N.A.	N.A.	N.A.

8.2 PNO de Verificación de Calibración de Buretas y Pipetas.

El PNO se revisó 2 veces, durante la calificación del PNO el personal, obtuvo los siguientes resultados los cuales fueron documentados en el “REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS” FORMATO 005-126-A (ANEXO 8.1)

8.2.1 REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS, FORMATO 005-126-A (ANEXO 8.1)



LABORATORIO S. A.										
DEPARTAMENTO DE METROLOGÍA										
REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS										
Fecha: 10 OCT 15					Numero de informe: 101015-002					
Material: Bureta			Num. de registro de Balanza: Bal-03			Marca: Sartorius				
Marca: Kimax			Termohigrómetro: 717			Marca: Control Company				
Modelo: Sin modelo			Termómetro: Ter-01			Marca: Brannan				
Cap. nominal: 20 mL										
Condiciones ambientales		Temperatur: 23°C		Humed. Relativa: 45%		Presion Atm: 585 mmHg				
Página 1										
Mediciones Realizadas										
Volumen (ml)	1		2		3		4		5	
	t(°C)	m (g)	t(°C)	m (g)	t(°C)	m (g)	t(°C)	m (g)	t(°C)	m (g)
1	20	0.9764	20	0.9929	20	0.9792	20	1.0133	20	0.9792
12	20	11.9909	20	11.962	20	11.995	20	11.9260	20	12.0007
25	20	24.8745	20	24.8447	20	24.8915	20	24.8499	20	24.8846
t= temp. de agua m= masa de agua vertida										
Observaciones: ninguna										
ELABORO										
QUIMICO DE METROLOGIA										
FORMATO-005-126-A										

8.2.2 Los registros fueron llenados con la siguiente Información de acuerdo a Buenas Prácticas de Documentación.

- Fecha en la que se realiza el reporte.
- Número de informe.
- Datos del fabricante que vienen impresos en el material volumétrico. (Especificaciones de origen)
- Datos de registro interno de cada uno de los instrumentos utilizados para la realizar la calibración.
- Registro de las condiciones ambientales del lugar donde se realiza la calibración.
- Volumen nominal de la bureta o pipeta a calibrar.
- Registro de temperatura del agua al realizar el aforo en °C; magnitud obtenida directamente del termómetro previamente calibrado.
- Masa del agua vertida contenida en la bureta o pipeta a calibrar, expresada en g; Magnitud obtenida directamente del equipo de medición de masa calibrado.
- Hallazgos y/u observaciones encontradas, en caso de que las hubiese,
- Firma de la persona que realiza la calibración.



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS		Código de Documento PNO-001-02	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 1/8
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia ABRIL 18	

1.0 OBJETIVO.

Implementar los lineamientos a seguir para la verificación de calibración de buretas y pipetas, del Área de Control Físicoquímico de tal manera que se garantice cada medición.

2.0 ALCANCE.

El procedimiento aplicará a las buretas y pipetas del Área de Control Físicoquímico.

3.0 RESPONSABILIDADES.

- 3.1 Es responsabilidad del Área de Validación programar las fechas de Calibración de acuerdo al Programa de Mantenimiento preventivo y/o Calibración de Instrumentos, Equipos y Patrones del Departamento de Control de Calidad, Documento 029-P, del año en curso
- 3.2 Es responsabilidad de la Jefatura de Control Físicoquímico otorgar las facilidades del material para la realización del trabajo del área de Metrología
- 3.3 Es responsabilidad de la Gerencia de Aseguramiento de Calidad supervisar la correcta aplicación de este Procedimiento.

4.0 INFORMACIÓN GENERAL.

- 4.1 La calibración se realiza determinando la masa de un líquido de densidad conocida que está contenido y/o vertido por él material.
- 4.2 Se debe controlar la temperatura, que influye en el calibrado de dos formas. En primer lugar, porque el volumen ocupado por la masa de un líquido varía con ésta y en un segundo lugar, porque el volumen del material volumétrico es variable, debido a la tendencia del vidrio a dilatarse o a contraerse en función de la temperatura.

ELABORÓ	REVISÓ	AUTORIZÓ
<hr/> Q.F.B. Edson Becerra Amaya Químico de Metrología 04 ABRIL 16	<hr/> Gerente de Aseguramiento de la Calidad. 05 ABRIL 16	<hr/> Responsable Sanitario 07 ABRIL 16



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS		Código de Documento PNO-001-02	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 2 / 8
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Número de Revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABR 18	

5.0 PROCEDIMIENTO.

5.1 Limpieza y conservación del material.

5.1.2 Asegúrese de que el material a calibrar esté completamente limpio y seco. Si encuentra alguna sustancia extraña o manchas, que afecten su calibración, realice la siguiente metodología.

5.1.3 El método de limpieza consiste en utilizar primeramente agua y a continuación detergente, para volver a lavar, primero con agua del grifo para seguir con agua purificada. Para eliminar el agua, se debe enjuagar el material volumétrico con alcohol etílico puro, y para eliminar éste, se realiza un último enjuague con acetona pura. En ningún momento debe utilizar escobillón y/o material que cause abrasiones a la superficie del material volumétrico.

5.1.3. Los objetivos de la limpieza son: obtener una propiedad reproducible de la superficie interior del material volumétrico, de tal manera que el agua pueda ascender y descender en una película fina, regular y homogénea, y obtener condiciones de referencia de tal forma que la tensión superficial forme un menisco reproducible con un ángulo plano y una altura unificada.

5.2 Verificación de bureta.

5.2.1 Medir la temperatura del agua purificada (a 20°C) que se va a utilizar en el calibrado.

5.2.2 Monte con ayuda de un soporte universal la bureta a calibrar llena de agua purificada (debe estar ligeramente por encima de la escala) cerca de la balanza donde determinara los diferentes pesos. Asegurándose que no exista fuga de la llave o que tenga alguna burbuja.

5.2.3 Hacer bajar el nivel del líquido hasta que la parte inferior del menisco, se sitúe en la marca de 0,00 mL.

5.2.4 Limpiar con un pedazo de papel la pared de la bureta para eliminar el posible líquido adherido.

5.2.5 Esperar unos segundos y volver a comprobar el volumen, si la llave cierra bien no se notará variación alguna. En caso de existir fuga, verifique la bureta y descarte cualquier falla.

5.2.6 La pesada se realizara en un recipiente de vidrio o plástico, limpio y seco (el peso de este debe tararse, con el fin de solo obtener el peso del agua purificada vertida) Verter lentamente el primer volumen.

5.2.7 Pesar. Registre el peso en el Formato-126-A (Ver Anexo 8.1) además debe registrar la temperatura del agua en cada lectura.



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS		Código de Documento PNO-001-02	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 3 / 8
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Número de Revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABR 18	

5.2.8 Volver a llenar la bureta y repetir hasta obtener 5 datos de peso. Al terminar repita los pasos 5.2.7 al 5.2.8 para los volúmenes faltantes.

a) Debido a que existen buretas con capacidades diferentes, se deberá tomar tres volúmenes diferentes de su escala total (volumen inicial, medio y total), por ejemplo para una bureta de 50mL se realizara medición en 5mL, 25mL y 50mL.

5.2.9 Calcular la incertidumbre y reportar en el Formato-125-A (Ver Anexo 8.2)

5.3 Verificación de calibración de pipeta.

5.3.1 Mida la temperatura (20°C) del agua purificada que se va a utilizar en la calibración.

5.3.2 Llene la pipeta con dicha agua ayudándose de una perilla de succión, estando seguro que el menisco este justamente en la línea de 0,00ml o en la línea de aforo (si se trata de una pipeta volumétrica).

5.3.3 Permita la salida de esta en un recipiente de vidrio o plástico, limpio y seco (el peso de este debe tararse, con el fin de solo obtener el peso del agua purificada vertida), que debe estar sobre la balanza.

5.3.4. El peso obtenido nos proporciona la masa del agua vertida. Registre el dato obtenido en el FORMATO-126-A, (Anexo 8.1) además debe registrar la temperatura del agua en cada lectura que realice.

5.3.5 Repita los pasos 5.2.2 al 5.2.5 hasta obtener 5 datos de peso.

a) En el caso de pipetas graduadas realice 3 lecturas en toda la escala (volumen inicial, medio y total) con 5 repeticiones cada una, por ejemplo para una pipeta de 10 ml se realizara medidas en 1,5 y 10 ml.

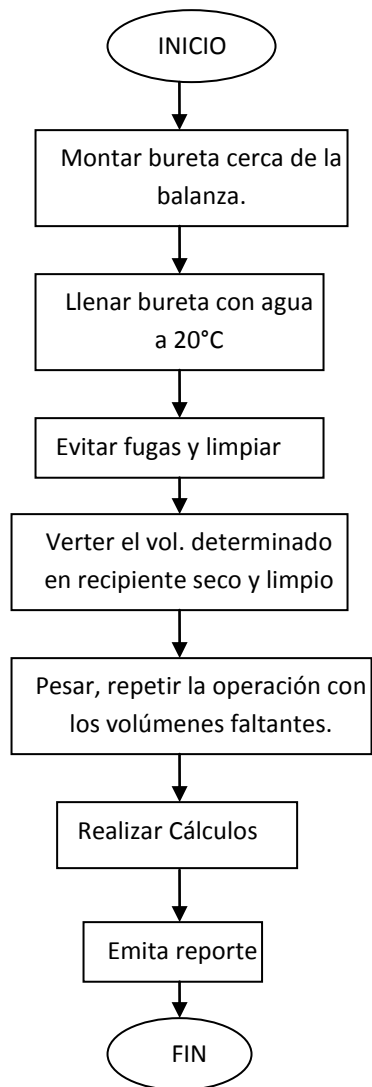
5.3.6 Realice el Reporte con FORMATO-125-A (ver Anexo 8.2)



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS		Código de Documento PNO-001-02	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 4/8
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Número de Revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABR 18	

6.0 DIAGRAMA DE FLUJO.

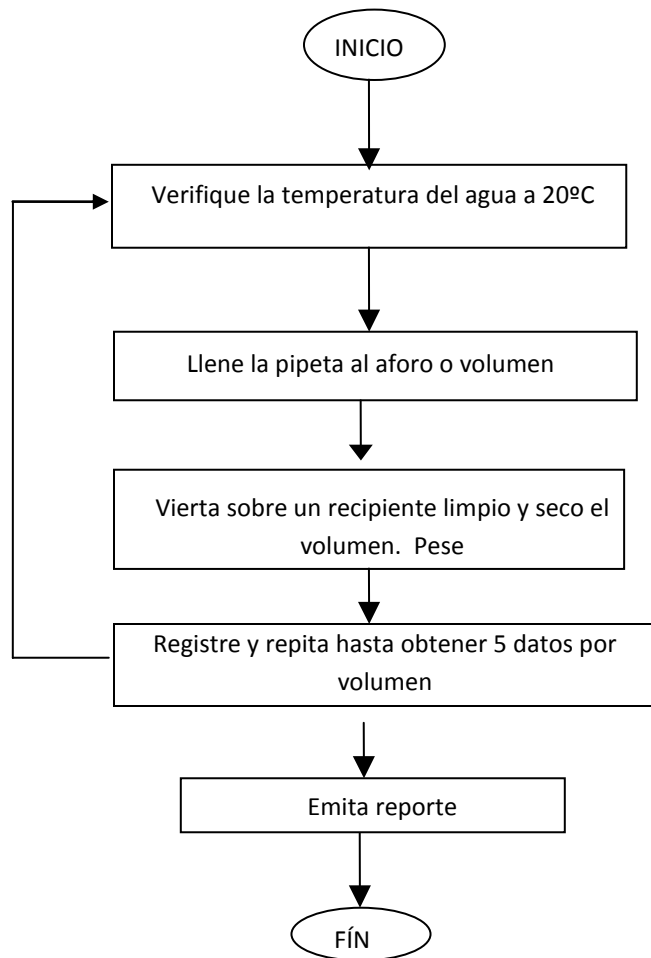
6.1 Verificación de la calibración de buretas





PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS		Código de Documento PNO-001-02	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 5 / 8
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Número de Revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABR 18	

6.2 Verificación de la calibración de pipetas.





PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS		Código de Documento PNO-001-02	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 6 /8
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Número de Revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABR 18	

7.0 BIBLIOGRAFÍA.

7.1 NOM – 059-SSA1-2013. Buenas prácticas de fabricación para establecimientos de la industria química farmacéutica dedicados a la fabricación de medicamentos.

7.2 NOM-BB-86-1982. Utensilios y recipientes volumétricos de vidrio para laboratorio especificaciones.

7.3 CENAM/EMA. Guía técnica sobre trazabilidad de incertidumbres en los servicios de calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico.

8.0 ANEXOS.

8.1 Registro de verificación de calibración de buretas y pipetas.

8.2 Reporte de verificación de calibración de buretas y pipetas.



NOMBRE DE LA EMPRESA

PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS		Código de Documento PNO-001-02	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 7/8
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Número de Revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABR 18	

ANEXO 8.1

Registro de Verificación de calibración buretas y pipetas. FORMATO-005-126-A

LABORATORIO S. A.
DEPARTAMENTO DE METROLOGÍA

REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS

Fecha: 10 OCT 15 Número de informe: 101015-002

Material: Bureta Num. de registro de Balanza: Bal-03
 Marca: Kimax Marca: Sartorius
 Modelo: Sin modelo Termohigrómetro: 717
 Cap. nominal: 20 mL Marca: Control Company
Termómetro: Ter-01
Marca: Brannan

Condiciones ambientales: Temperatura: 23°C Humed. Relativa: 45% Presion Atm: 585 mmHg

Página 1

Volumen (ml)	Mediciones Realizadas									
	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)
1	20	0.9764	20	0.9929	20	0.9792	20	1.0133	20	0.9792
12	20	11.9909	20	11.962	20	11.995	20	11.9260	20	12.0007
25	20	24.8746	20	24.8447	20	24.8915	20	24.8499	20	24.8846

t= temp. de agua m= masa de agua vertida

Observaciones: ninguna

ELABORO

QUIMICO DE METROLOGIA

FORMATO-005-126-A

ANEXO 8.2

Reporte de Verificación de calibración de Buretas y pipetas. FORMATO-125-A

LABORATORIO S. A.
DEPARTAMENTO DE METROLOGÍA

REPORTE DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS

Fecha: 10 OCT 15 Número de informe: 101115-002

Material: Bureta Num. de registro de Balanza: BAL-03
 Marca: Kimax Marca: Sartorius
 Modelo: Sin modelo Termohigrómetro: 717
 Cap. nominal: 25 mL Marca: Control Company
 Procedimiento: PND-001-002 Termómetro: TER-01
Marca: BRANNAN

Condiciones ambientales: Temperatura: 23°C Humedad Relativa: 45% Presion Atm: 585 mmHg

Página 1

Volumen (mL)	Mediciones Realizadas										Masa Promedio (g)	Volumen encontrado (ml)	Incertidumbre
	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)			
1	20	0.9764	20	0.9929	20	0.9792	20	1.0133	20	0.9792	0.988	0.990	0.031
12	20	11.9909	20	11.9620	20	11.9950	20	11.9260	20	12.0007	11.975	11.937	0.064
25	20	24.8746	20	24.8447	20	24.8915	20	24.8499	20	24.8846	24.869	24.914	0.042

t= temp. de agua m= masa de agua vertida

Especificación : Bureta 25mL ± 0.02% del volumen / ± 0.005mL

ELABORO VERIFICO

Nombre Nombre
 Químico de Metrología Gerente de Aseguramiento de Calidad

FORMATO-005-125-A



NOMBRE DE LA EMPRESA

PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS		Código de Documento PNO-001-02	Sustituye a NUEVO	PÁGINA 8 / 8
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Número de Revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABR 18	


9.0 CONTROL DE CAMBIOS

Revisión No.	Fecha	Cambios realizados	Nombre de la persona que emite el cambio
n.a.	n.a.	n.a.	n.a.

8.3 PNO de Verificación de Calibración de Probetas y vasos de precipitados.

El PNO se revisó 3 veces, durante la calificación del PNO el personal, obtuvo los siguientes resultados los cuales fueron documentados en el “REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE MATRACES” FORMATO 005-123-A (ANEXO 9.1)

8.3.1 REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN PROBETAS, FORMATO-005-128-A (ANEXO 8.1)



LABORATORIO S. A.										
DEPARTAMENTO DE METROLOGÍA										
REGISTRO DE VERIFICACIÓN CALIBRACIÓN DE MATERIAL DE VIDRIO										
Fecha: 20 OCT 15					Numero de informe: 101015-004					
Material: Probeta			Num. de registro de Balanza: Bal-03			Marca: Sartorius			Termohigrómetro: 717	
Marca: Brand			Modelo: Sin modelo			Marca: Control Company			Termómetro: Ter-01	
Cap. nominal: 10mL						Marca: Brannan				
Condiciones ambientales		Temperatura: 24°C		Humedad Relativa: 46%		Presion Atm: 585 mmHg				
Masa de material vacío:										
Página 1										
Mediciones Realizadas										
Volumen (ml)	1		2		3		4		5	
	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)
2	20	33.6147	20	33.6288	20	33.6851	20	33.6111	20	33.6702
6	20	33.6345	20	37.6457	20	37.6455	20	37.6032	20	37.6077
10	20	41.6425	20	41.5796	20	41.6419	20	41.6485	20	41.6124
t= temp. de agua		m= masa de agua vertida								
Observaciones: Probeta 10mL + 0.15mL. Probeta ubicada en líquidos										
ELABORÓ										
QUIMICO DE METROLOGIA										
FORMATO-005-128-A										

8.3.2 El registro fue llenado con la siguiente Información de acuerdo a Buenas Prácticas de Documentación.

- Fecha en la que se realiza el reporte.
- Colocar el número de informe comenzando con la fecha
- Datos del fabricante que vienen impresos en el material volumétrico. (Especificaciones de origen)
- Datos internos de cada uno de los instrumentos utilizados para la realizar la calibración.
- Registrar condiciones ambientales del lugar donde se realiza la calibración.
- Registro de la masa del material de volumétrico obtenido previamente.
- Volumen nominal del matraz a calibrar
- Registro de temperatura del agua al realizar el aforo en °C; Magnitud obtenida directamente del termómetro previamente calibrado.
- Masa del agua vertida contenida en el matraz a calibrar, expresada en g; Magnitud obtenida directamente del equipo de medición de masa calibrado.
- Hallazgos encontrados, en caso de no haber,
- Firma de la persona que realiza la calibración.



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE PROBETAS Y VASOS DE PRECIPITADOS		Código de Documento PNO-001-03	Sustituye a NUEVO	Página 1 / 7
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABRIL 18	

1.0 OBJETIVO.

Implementar los lineamientos a seguir para la verificación de calibración de probetas y vasos de precipitado de vidrio del Área de Control de Calidad y Producción, de tal manera que se garantice cada medición.

2.0 ALCANCE.

El procedimiento aplicará a las probetas y vasos de precipitado del área de Control de Calidad y Producción.

3.0 RESPONSABILIDADES.

Es responsabilidad del Área de Metrología programar las fechas de Calibración de acuerdo al programa de Mantenimiento preventivo y/o Calibración de Instrumentos, Equipos y Patrones

Es responsabilidad de la Jefatura de Control Físicoquímico otorgar las facilidades del material para la realización del trabajo del área de Metrología

Es responsabilidad de la Gerencia de Aseguramiento de Calidad supervisar la correcta aplicación de este Procedimiento.

4.0 INFORMACIÓN GENERAL.

El material de vidrio tiene por finalidad la medición de volúmenes y debe ser controlado antes de utilizarlo. Para ello se requiere pesar la cantidad de volumen contenida (como matraces volumétricos) o transferida (por probetas o vasos de precipitado), a una temperatura dada, y calcular el volumen obtenido a partir de la masa pesada. A esto le denominamos calibración

ELABORÓ	REVISÓ	AUTORIZÓ
<hr/> Q.F.B. Edson Becerra Amaya Químico de Metrología 04 ABRIL 16	<hr/> Gerente de Aseguramiento de la Calidad. 05 ABRIL 16	<hr/> Responsable Sanitario 07 ABRIL 16



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE PROBETAS Y VASOS DE PRECIPITADOS		Código de Documento PNO-001-03	Sustituye a NUEVO	Página 2/7
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABRIL 18	

Para obtener el volumen calibrado a partir de la masa de agua es importante tener en cuenta que:

- La densidad del agua varía con la temperatura
- El volumen del recipiente de vidrio varía con la temperatura
- Cuando se calibra material de vidrio se deben tomar en consideración estos factores para calcular el volumen contenido o vertido por el material a $20^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$

5.0 PROCEDIMIENTO.

5.1 Limpieza y conservación del equipo.

Asegúrese de que el material a calibrar esté completamente limpio y seco. Si encuentra alguna sustancia extraña o manchas, que afecten su calibración, realice la siguiente metodología.

El método de limpieza consiste en utilizar primeramente agua y a continuación detergente, para volver a lavar, primero con agua del grifo para seguir con agua purificada. Para eliminar el agua, se debe enjuagar el material volumétrico con alcohol etílico puro, y para eliminar éste, se realiza un último enjuague con acetona pura.

En ningún momento debe utilizar escobillón y/o material que cause abrasiones a la superficie del material volumétrico.

Los objetivos de la limpieza son: obtener una propiedad reproducible de la superficie interior del material volumétrico, de tal manera que el agua pueda ascender y descender en una película fina, regular y homogénea, y obtener condiciones de referencia de tal forma que la tensión superficial forme un menisco reproducible con un ángulo plano y una altura unificada.

5.2 Medir la temperatura del agua purificada, esta debe estar a 20°C con una variación de $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$, debido a que se va a utilizar en la calibración.

5.3 Determine el peso de la probeta o vaso de precipitado (seco y limpio) a calibrar (10 veces y obtenga el promedio) en una balanza calibrada; esta medida de masa debe registrarla para realizar los cálculos apropiados.

5.4 Vierta agua purificada en el material hasta el primer volumen que verificará, tome el peso y registre el dato obtenido en el FORMATO-005-128-A(ver Anexo 8.1). No olvide registrar la temperatura en cada lectura que realice.



NOMBRE DE LA EMPRESA

PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE PROBETAS Y VASOS DE PRECIPITADOS		Código de Documento PNO-001-03	Sustituye a NUEVO	Página 3 /7
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABRIL 18	

5.4.1 En el caso de las probetas o vasos de precipitados se realizarán 3 lecturas diferentes de toda su escala (volumen inicial, medio y total), por ejemplo para una probeta de 250mL se realizarán medidas en 10mL, 150mL y 250mL.

5.5 Retire el agua purificada y seque, repita el punto 5.3 hasta obtener 5 lecturas por volumen.

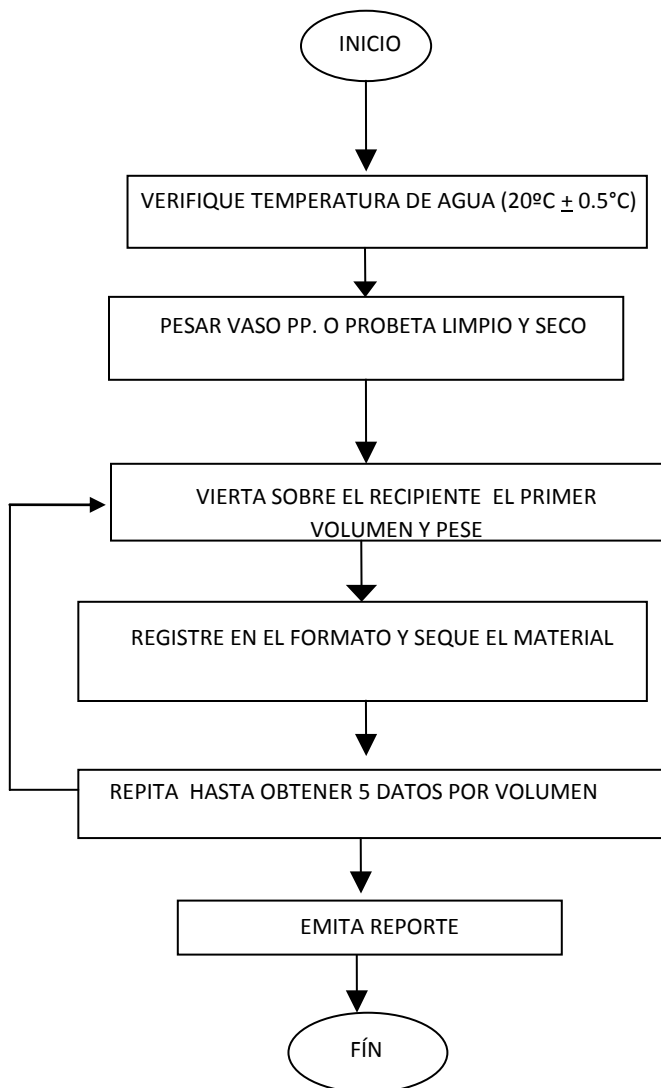
5.6 Realice cálculos y obtenga la incertidumbre. Reporte en el FORMATO-005-127- α (ver anexo 8.2)

5.7 Presente a la Gerencia de Aseguramiento de Calidad el Reporte, para su autorización.



PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE PROBETAS Y VASOS DE PRECIPITADOS		Código de Documento PNO-001-03	Sustituye a NUEVO	Página 4/7
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABRIL 18	

6.0 DIAGRAMA DE FLUJO.





PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE PROBETAS Y VASOS DE PRECIPITADOS		Código de Documento PNO-001-03	Sustituye a NUEVO	Página 5 /7
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABRIL 18	

7.0 BIBLIOGRAFÍA.

7.1 NOM – 059-SSA1-2006 Buenas prácticas de fabricación para establecimientos de la Industria química farmacéutica dedicados a la fabricación de medicamentos

7.2 NOM-BB-86-1982 Utensilios y recipientes volumétricos de vidrio para laboratorio especificaciones.

7.3 CENAM/EMA: Guía técnica sobre trazabilidad de incertidumbres en los servicios de calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico.

8.0 ANEXOS.

8.1 Formato de Registro de verificación de calibración de material de vidrio.

8.2 Formato de Reporte de verificación de calibración de material de vidrio.




NOMBRE DE LA EMPRESA

PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE PROBETAS Y VASOS DE PRECIPITADOS		Código de Documento PNO-001-03	Sustituye a NUEVO	Página 6/7
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABRIL 18	

ANEXO 8.1

Registro de verificación de calibración de material de vidrio.

 LABORATORIO S. A. DEPARTAMENTO DE METROLOGÍA											
REGISTRO DE VERIFICACIÓN CALIBRACIÓN DE MATERIAL DE VIDRIO											
Fecha:		20 OCT 15			Numero de informe:		101015-004				
Material:		Probeta			Num. de registro de Balanza:		Bal-03				
Marca:		Brand			Marca:		Sartorius				
Modelo:		Sin modelo			Termohigrómetro:		717				
Cap. nominal:		10mL			Marca:		Control Company				
					Termómetro:		Ter-01				
					Marca:		Brannan				
Condiciones ambientales		Temperature		24°C		Humedad Relativa:		46%		Presion Atm: 585 mmHg	
Masa de material vacio:											
Página 1											
Mediciones Realizadas											
Volumen (ml)	1		2		3		4		5		
	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	
2	20	33.6147	20	33.6288	20	33.6851	20	33.6111	20	33.6702	
6	20	33.6345	20	37.6457	20	37.6455	20	37.6032	20	37.6077	
10	20	41.6425	20	41.5796	20	41.6419	20	41.6485	20	41.6124	
t= temp. de agua		m= masa de agua vertida									
Observaciones: Probeta 10mL + 0.15mL. Probeta ubicada en líquidos											
ELABORÓ											
QUIMICO DE METROLOGIA											
FORMATO-005-128-A											



NOMBRE DE LA EMPRESA

PROCEDIMIENTO NORMALIZADO DE OPERACIÓN VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE PROBETAS Y VASOS DE PRECIPITADOS		Código de Documento PNO-001-03	Sustituye a NUEVO	Página 7 /7
ÁREA : VALIDACION	Fecha de Emisión 11 ABRIL 16	Numero de revisión N.A.	Fecha de Vigencia 11 ABRIL 18	

ANEXO 8.2

Reporte de verificación de calibración de material de vidrio.

LABORATORIO S. A.													
DEPARTAMENTO DE METROLOGÍA													
REPORTE DE VERIFICACIÓN DE CALIBRACIÓN DE BURETAS Y PIPETAS													
Fecha: 20 OCT 15			Numero de informe: 101015-004										
Material: PROBETA			Num. de registro de Balanza: BAL-03										
Marca: BRAND			Marca: Sartorius										
Modelo: Sin Modelo			Termohigrómetro: 717										
Cap. nominal: 10 mL			Marca: CONTROL COMPANY										
			Termómetro: Ter-01										
			Marca: Brannan										
Condiciones ambientales:			Temperatura	24°C	Humedad Relativa	46%	Presion Atm.	585 mmHg					
Masa de material vacio (g): 31.7049													
Volumen (mL)	Mediciones Realizadas										Masa Promedio (g)	Volumen encontrado (ml)	Incertid
	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)	t (°C)	m (g)			
2	20	33.6147	20	33.6288	20	33.6851	20	33.6111	20	33.6702	33.670	1.965	0.068
6	20	37.6345	20	37.6457	20	37.6455	20	37.6032	20	37.6077	37.608	5.903	0.042
10	20	41.6425	20	41.5796	20	41.6419	20	41.6485	20	41.6124	41.616	9.912	0.059
t= temp. de agua		m= masa de agua vertida											
Especificación: Probeta 10mL ± 0.15mL. Probeta ubicada en líquidos													
ELABORÓ						VERIFICÓ							
Químico de Metrologia						Gerente de Aseguramiento de Calidad							
FORMATO-005-128-A													

9.0 CONTROL DE CAMBIOS

Revisión No.	Fecha	Cambios realizados	Nombre de la persona que emite el cambio
n.a.	n.a.	n.a.	n.a.

9.0 ANÁLISIS DE RESULTADOS

9.1 PNO de Verificación de Calibración de Matraces

9.1.1 La Calificación del PNO se llevó a cabo por triplicado: El personal que realizó la calificación tiene experiencia como químico analista y a su vez tiene conocimientos básicos de metrología. La metodología se ejecutó conforme a lo descrito en dicho PNO.

Las figura 27 muestra el resultado obtenido con la ayuda de una hoja de cálculo de Excel, (Incertidumbre expandida) durante la calificación del PNO de Verificación de Calibración de Matraces Volumétricos, podemos observar los valores de cada fuente de incertidumbre y su contribución, algunas de las cuales son del tipo B es decir proceden del proveedor, tablas y/o están reportadas en un certificado de calibración.

Incertidumbre obtenida para la evaluación de un Matraz Volumétrico de 500 ml.			
Contribución de cada fuente de incertidumbre			
$c_{M_b} \cdot U_{Masa_b}$	-0.0042	$(c_{M_b} \cdot U_{Masa_b})^2$	1.787E-05
$c_{M_c} \cdot U_{Masa_c}$	0.08436	$(c_{M_c} \cdot U_{Masa_c})^2$	0.0071174
$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	2.7E-07	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000
$c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b}$	0.0000	$(c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b})^2$	4.141E-17
$c_{\delta_E} \cdot U_{\delta_E}$	0.000E+00	$(c_{\delta_E} \cdot U_{\delta_E})^2$	0.000E+00
$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00
$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	1.717E-16
$u_c(V_{20})$	0.0071353		
$u_c(V_{20})$	0.08447 cm³		
INCERTIDUMBRE EXPANDIDA			
$U = u_c(V_{20}) \cdot t_{95.45}(V_{20})$			
$t_{95.45}(V_{20}) = k = 2.025$			
U		0.1711	

El volumen encontrado para este matraz de 500 ml es de 499.43 ml con una incertidumbre U=01711 del Tipo A

Figura 27. Incertidumbre obtenida de un Matraz volumétrico de 500 ml utilizado en el PNO de verificación de calibración de matraces volumétricos.

Podemos afirmar que cuanto mayor sea el valor de cada fuente, mayor será el valor final para “U” es decir la incertidumbre expandida, por lo tanto entre mayor sea el valor de U, la calidad de la medición que nos ofrece el material volumétrico de vidrio será mucho menor.

9.2 PNO de Verificación de Calibración de Buretas y Pipetas,

9.2.1 La calificación PNO de Verificación de Calibración de Buretas y Pipetas, se realizó por triplicado.

El PNO se calificó por triplicado con una bureta de 25 ml. Al contar con escala graduada la verificación de la calibración se realizó (en 3 puntos) a tres diferentes volúmenes 1,12 y 25 ml.

Incertidumbre obtenida para la evaluación de la escala mínima a 1ml, en una bureta de 25ml.	Volúmenes e incertidumbres obtenidos																												
<p style="text-align: center;">Contribución de cada fuente de incertidumbre</p> <table border="1"> <tr> <td>$c_{M/b} \cdot U_{Masab}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{M/b} \cdot U_{Masab})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{M/c} \cdot U_{Masac}$</td> <td>0.01548</td> <td>$(c_{M/c} \cdot U_{Masac})^2$</td> <td>0.0002396</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$</td> <td>-6.7608E-05</td> <td>$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$</td> <td>0.0000000</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{\delta a} \cdot U_{\delta a})^2$</td> <td>2.569E-12</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B}$</td> <td>7.668E-08</td> <td>$(c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B})^2$</td> <td>5.879E-15</td> </tr> <tr> <td>$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$</td> <td>0.00E+00</td> <td>$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$</td> <td>1.065E-11</td> </tr> </table> <p>$u_c(V_{20})$ 0.000239600</p> <p>$u_c(V_{20})$ 0.015479 cm³</p> <p style="text-align: center;">INCERTIDUMBRE EXPANDIDA $U = u_c(V_{20}) \cdot t_{95.45}(V_{20})$ $t_{95.45}(V_{20}) = k = 2.025$</p> <p style="text-align: center;">U 0.0313</p>	$c_{M/b} \cdot U_{Masab}$	0.0000	$(c_{M/b} \cdot U_{Masab})^2$	0.000E+00	$c_{M/c} \cdot U_{Masac}$	0.01548	$(c_{M/c} \cdot U_{Masac})^2$	0.0002396	$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	-6.7608E-05	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000	$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	0.0000	$(c_{\delta a} \cdot U_{\delta a})^2$	2.569E-12	$c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B}$	7.668E-08	$(c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B})^2$	5.879E-15	$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00	$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	1.065E-11	<p>No se realiza cálculo de promedio de medición de masa de recipiente vacío debido a que es un material volumétrico para verter o entregar (P.E)</p> <p>El volumen encontrado para la bureta en 1ml/25ml es de 0.99 ml, con una incertidumbre de U=0.0313 del Tipo A</p>
$c_{M/b} \cdot U_{Masab}$	0.0000	$(c_{M/b} \cdot U_{Masab})^2$	0.000E+00																										
$c_{M/c} \cdot U_{Masac}$	0.01548	$(c_{M/c} \cdot U_{Masac})^2$	0.0002396																										
$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	-6.7608E-05	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000																										
$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	0.0000	$(c_{\delta a} \cdot U_{\delta a})^2$	2.569E-12																										
$c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B}$	7.668E-08	$(c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B})^2$	5.879E-15																										
$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00																										
$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	1.065E-11																										
Incertidumbre obtenida para la evaluación de la escala intermedia a 12ml, en una bureta de 25ml.	Volúmenes e incertidumbres obtenidos																												
<p style="text-align: center;">Contribución de cada fuente de incertidumbre</p> <table border="1"> <tr> <td>$c_{M/b} \cdot U_{Masab}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{M/b} \cdot U_{Masab})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{M/c} \cdot U_{Masac}$</td> <td>0.03145</td> <td>$(c_{M/c} \cdot U_{Masac})^2$</td> <td>0.0009891</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_A} \cdot U_{\delta_A}$</td> <td>-5.6E-06</td> <td>$(c_{\delta_A} \cdot U_{\delta_A})^2$</td> <td>0.0000000</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{\delta a} \cdot U_{\delta a})^2$</td> <td>1.750E-14</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B}$</td> <td>6.329E-09</td> <td>$(c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B})^2$</td> <td>4.005E-17</td> </tr> <tr> <td>$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$</td> <td>0.00E+00</td> <td>$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$</td> <td>7.255E-14</td> </tr> </table> <p>$u_c(V_{20})$ 0.0009891</p> <p>$u_c(V_{20})$ 0.03145 cm³</p> <p style="text-align: center;">INCERTIDUMBRE EXPANDIDA $U = u_c(V_{20}) \cdot t_{95.45}(V_{20})$ $t_{95.45}(V_{20}) = k = 2.025$</p> <p style="text-align: center;">U 0.0637</p>	$c_{M/b} \cdot U_{Masab}$	0.0000	$(c_{M/b} \cdot U_{Masab})^2$	0.000E+00	$c_{M/c} \cdot U_{Masac}$	0.03145	$(c_{M/c} \cdot U_{Masac})^2$	0.0009891	$c_{\delta_A} \cdot U_{\delta_A}$	-5.6E-06	$(c_{\delta_A} \cdot U_{\delta_A})^2$	0.0000000	$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	0.0000	$(c_{\delta a} \cdot U_{\delta a})^2$	1.750E-14	$c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B}$	6.329E-09	$(c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B})^2$	4.005E-17	$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00	$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	7.255E-14	<p>El volumen encontrado para la bureta en 12 ml /25 ml es de 11.997 ml, con una incertidumbre de: U=0.0637 del Tipo A</p>
$c_{M/b} \cdot U_{Masab}$	0.0000	$(c_{M/b} \cdot U_{Masab})^2$	0.000E+00																										
$c_{M/c} \cdot U_{Masac}$	0.03145	$(c_{M/c} \cdot U_{Masac})^2$	0.0009891																										
$c_{\delta_A} \cdot U_{\delta_A}$	-5.6E-06	$(c_{\delta_A} \cdot U_{\delta_A})^2$	0.0000000																										
$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	0.0000	$(c_{\delta a} \cdot U_{\delta a})^2$	1.750E-14																										
$c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B}$	6.329E-09	$(c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B})^2$	4.005E-17																										
$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00																										
$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	7.255E-14																										
Incertidumbre obtenida para la evaluación de la escala total a 25ml, en una bureta de 25ml.	Volúmenes e incertidumbres obtenidos																												
<p style="text-align: center;">Contribución de cada fuente de incertidumbre</p> <table border="1"> <tr> <td>$c_{M/b} \cdot U_{Masab}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{M/b} \cdot U_{Masab})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{M/c} \cdot U_{Masac}$</td> <td>0.02089</td> <td>$(c_{M/c} \cdot U_{Masac})^2$</td> <td>0.0004364</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$</td> <td>-2.7E-06</td> <td>$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$</td> <td>0.0000000</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{\delta a} \cdot U_{\delta a})^2$</td> <td>4.057E-15</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B}$</td> <td>3.047E-09</td> <td>$(c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B})^2$</td> <td>9.287E-18</td> </tr> <tr> <td>$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$</td> <td>0.00E+00</td> <td>$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$</td> <td>1.682E-14</td> </tr> </table> <p>$u_c(V_{20})$ 0.0004364</p> <p>$u_c(V_{20})$ 0.02089 cm³</p> <p style="text-align: center;">INCERTIDUMBRE EXPANDIDA $U = u_c(V_{20}) \cdot t_{95.45}(V_{20})$ $t_{95.45}(V_{20}) = k = 2.025$</p> <p style="text-align: center;">U 0.0423</p>	$c_{M/b} \cdot U_{Masab}$	0.0000	$(c_{M/b} \cdot U_{Masab})^2$	0.000E+00	$c_{M/c} \cdot U_{Masac}$	0.02089	$(c_{M/c} \cdot U_{Masac})^2$	0.0004364	$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	-2.7E-06	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000	$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	0.0000	$(c_{\delta a} \cdot U_{\delta a})^2$	4.057E-15	$c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B}$	3.047E-09	$(c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B})^2$	9.287E-18	$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00	$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	1.682E-14	<p>El volumen encontrado para la bureta de 25ml/25ml es de 24.914 ml, con una incertidumbre de: U=0.0423 del Tipo A</p>
$c_{M/b} \cdot U_{Masab}$	0.0000	$(c_{M/b} \cdot U_{Masab})^2$	0.000E+00																										
$c_{M/c} \cdot U_{Masac}$	0.02089	$(c_{M/c} \cdot U_{Masac})^2$	0.0004364																										
$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	-2.7E-06	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000																										
$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	0.0000	$(c_{\delta a} \cdot U_{\delta a})^2$	4.057E-15																										
$c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B}$	3.047E-09	$(c_{\delta_B} \cdot U_{\delta_B})^2$	9.287E-18																										
$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00																										
$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	1.682E-14																										

Figura 28. Incertidumbres obtenidas para evaluación de la escala, en una bureta de 25ml durante la calificación del PNO de verificación de Verificación de Calibración de Buretas y Pipetas.

9.3 PNO de Verificación de Calibración de Probetas y Vasos de precipitados.

9.3.1 La calificación del PNO de Verificación de Calibración de Probetas y vasos de precipitados se realizó por triplicado con una probeta de 10 ml, a tres puntos 2,6 y 10 ml.

Resultado de Incertidumbre obtenido para el volumen mínimo de 2 ml en la Probeta de 10 mL	Volúmenes e incertidumbres obtenidos																												
<p>Contribución de cada fuente de incertidumbre</p> <table border="1"> <tr> <td>$c_{V_0} \cdot U_{V_0}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{V_0} \cdot U_{V_0})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{V_1} \cdot U_{V_1}$</td> <td>0.03373</td> <td>$(c_{V_1} \cdot U_{V_1})^2$</td> <td>0.0011378</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$</td> <td>1.2E-07</td> <td>$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$</td> <td>0.0000000</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b})^2$</td> <td>8.277E-18</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c}$</td> <td>-1.376E-10</td> <td>$(c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c})^2$</td> <td>1.894E-20</td> </tr> <tr> <td>$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$</td> <td>0.00E+00</td> <td>$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$</td> <td>3.432E-17</td> </tr> </table> <p>$u_c(V_{20})$ 0.001137782</p> <p>$u_c(V_{20})$ 0.033731 cm³</p> <p>INCERTIDUMBRE EXPANDIDA $U = u_c(V_{20}) \cdot t_{95.45}(V_{20})$ $t_{95.45}(V_{20}) = k = 2.025$</p> <p>U 0.0683</p>	$c_{V_0} \cdot U_{V_0}$	0.0000	$(c_{V_0} \cdot U_{V_0})^2$	0.000E+00	$c_{V_1} \cdot U_{V_1}$	0.03373	$(c_{V_1} \cdot U_{V_1})^2$	0.0011378	$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	1.2E-07	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000	$c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b}$	0.0000	$(c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b})^2$	8.277E-18	$c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c}$	-1.376E-10	$(c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c})^2$	1.894E-20	$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00	$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	3.432E-17	<p>El valor resultante para la Probeta en 2 ml/10 ml es de 1.965 ml con una incertidumbre U=0.0683 Tipo A</p>
$c_{V_0} \cdot U_{V_0}$	0.0000	$(c_{V_0} \cdot U_{V_0})^2$	0.000E+00																										
$c_{V_1} \cdot U_{V_1}$	0.03373	$(c_{V_1} \cdot U_{V_1})^2$	0.0011378																										
$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	1.2E-07	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000																										
$c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b}$	0.0000	$(c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b})^2$	8.277E-18																										
$c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c}$	-1.376E-10	$(c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c})^2$	1.894E-20																										
$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00																										
$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	3.432E-17																										
Resultado de Incertidumbre obtenido para el volumen intermedio de 6 ml, en una Probeta de 10 mL	Volúmenes e incertidumbres obtenidos																												
<p>Contribución de cada fuente de incertidumbre</p> <table border="1"> <tr> <td>$c_{V_0} \cdot U_{V_0}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{V_0} \cdot U_{V_0})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{V_1} \cdot U_{V_1}$</td> <td>0.02059</td> <td>$(c_{V_1} \cdot U_{V_1})^2$</td> <td>0.0004239</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$</td> <td>3.3E-07</td> <td>$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$</td> <td>0.0000000</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b})^2$</td> <td>6.185E-17</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c}$</td> <td>-3.762E-10</td> <td>$(c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c})^2$</td> <td>1.416E-19</td> </tr> <tr> <td>$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$</td> <td>0.00E+00</td> <td>$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$</td> <td>2.564E-16</td> </tr> </table> <p>$u_c(V_{20})$ 0.0004239</p> <p>$u_c(V_{20})$ 0.02059 cm³</p> <p>INCERTIDUMBRE EXPANDIDA $U = u_c(V_{20}) \cdot t_{95.45}(V_{20})$ $t_{95.45}(V_{20}) = k = 2.025$</p> <p>U 0.0417</p>	$c_{V_0} \cdot U_{V_0}$	0.0000	$(c_{V_0} \cdot U_{V_0})^2$	0.000E+00	$c_{V_1} \cdot U_{V_1}$	0.02059	$(c_{V_1} \cdot U_{V_1})^2$	0.0004239	$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	3.3E-07	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000	$c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b}$	0.0000	$(c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b})^2$	6.185E-17	$c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c}$	-3.762E-10	$(c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c})^2$	1.416E-19	$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00	$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	2.564E-16	<p>El valor resultante para la Probeta en 6 ml/10 ml es de 5.903 ml con una incertidumbre U=0.0417 Tipo A</p>
$c_{V_0} \cdot U_{V_0}$	0.0000	$(c_{V_0} \cdot U_{V_0})^2$	0.000E+00																										
$c_{V_1} \cdot U_{V_1}$	0.02059	$(c_{V_1} \cdot U_{V_1})^2$	0.0004239																										
$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	3.3E-07	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000																										
$c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b}$	0.0000	$(c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b})^2$	6.185E-17																										
$c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c}$	-3.762E-10	$(c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c})^2$	1.416E-19																										
$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00																										
$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	2.564E-16																										
Resultado de Incertidumbre obtenido para el volumen total de 10 ml, en una Probeta de 10 mL	Volúmenes e incertidumbres obtenidos																												
<p>Contribución de cada fuente de incertidumbre</p> <table border="1"> <tr> <td>$c_{V_0} \cdot U_{V_0}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{V_0} \cdot U_{V_0})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{V_1} \cdot U_{V_1}$</td> <td>0.02908</td> <td>$(c_{V_1} \cdot U_{V_1})^2$</td> <td>0.0008455</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$</td> <td>5.0E-07</td> <td>$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$</td> <td>0.0000000</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b})^2$</td> <td>1.418E-16</td> </tr> <tr> <td>$c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c}$</td> <td>-5.697E-10</td> <td>$(c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c})^2$</td> <td>3.245E-19</td> </tr> <tr> <td>$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$</td> <td>0.00E+00</td> <td>$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$</td> <td>0.000E+00</td> </tr> <tr> <td>$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$</td> <td>0.0000</td> <td>$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$</td> <td>5.879E-16</td> </tr> </table> <p>$u_c(V_{20})$ 0.0008455</p> <p>$u_c(V_{20})$ 0.029 cm³</p> <p>INCERTIDUMBRE EXPANDIDA $U = u_c(V_{20}) \cdot t_{95.45}(V_{20})$ $t_{95.45}(V_{20}) = k = 2.025$</p> <p>U 0.05888</p>	$c_{V_0} \cdot U_{V_0}$	0.0000	$(c_{V_0} \cdot U_{V_0})^2$	0.000E+00	$c_{V_1} \cdot U_{V_1}$	0.02908	$(c_{V_1} \cdot U_{V_1})^2$	0.0008455	$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	5.0E-07	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000	$c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b}$	0.0000	$(c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b})^2$	1.418E-16	$c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c}$	-5.697E-10	$(c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c})^2$	3.245E-19	$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00	$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	5.879E-16	<p>El volumen encontrado para la Probeta en 10 ml es de 9.912 ml con una incertidumbre U=0.0588 Tipo A</p>
$c_{V_0} \cdot U_{V_0}$	0.0000	$(c_{V_0} \cdot U_{V_0})^2$	0.000E+00																										
$c_{V_1} \cdot U_{V_1}$	0.02908	$(c_{V_1} \cdot U_{V_1})^2$	0.0008455																										
$c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a}$	5.0E-07	$(c_{\delta_a} \cdot U_{\delta_a})^2$	0.0000000																										
$c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b}$	0.0000	$(c_{\delta_b} \cdot U_{\delta_b})^2$	1.418E-16																										
$c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c}$	-5.697E-10	$(c_{\delta_c} \cdot U_{\delta_c})^2$	3.245E-19																										
$c_{\alpha} \cdot U_{\alpha}$	0.00E+00	$(c_{\alpha} \cdot U_{\alpha})^2$	0.000E+00																										
$c_{T_A} \cdot U_{T_A}$	0.0000	$(c_{T_A} \cdot U_{T_A})^2$	5.879E-16																										

Figura 29. Incertidumbre obtenida para evaluación de la escala, en una Probeta de 10 ml, durante la calificación del PNO Verificación de Calibración de Probetas y Vasos de precipitados.

Se puede observar que el valor de U , es mayor en el volumen más pequeño de 2 ml.
A partir de estos datos obtenidos de los mensurados e incertidumbres ahora conocemos como mide nuestro material volumétrico.
El resultado de la verificación de la calibración- comprobaciones intermedias, necesita registrarse de tal forma que los resultados puedan ser analizados fácilmente para aseverar y respaldar el resultado de la calibración.

10.0 CONCLUSIÓN

Se generaron 3 PNO'S para la verificación de la calibración de material volumétrico de vidrio, los cuales fueron calificados, se obtuvieron las incertidumbres en base a la metodología descrita en cada uno de los PNO'S, según las incertidumbres determinadas podemos afirmar que entre más pequeño sea el valor del mensurado, mayor será la incertidumbre a obtener.

11.0 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Aguilar G. Implementación de los manuales para los procedimientos administrativos en la dirección de control de estupefacientes. Tesis de licenciatura. México, FES Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México –Iztapalapa 2003.
2. ASTM. All Chemicals Special Technical Publications. Disponible en: <http://www.astm.org> (google, 19 Mar 2016, 17:20 hr)
3. ASTM. Definition of terms relating to glass and glass products. Disponible en: <http://https://books.google.com.mx> (google, 18 Mar 2016, 22:20 hr)
4. Catálogo General BRAND (Internet) Disponible en: <http://pdf.directindustry.es/pdf/brand/catalogo-general-2010/28307-148550-308.html> (google, 20 Ene 2014, 18:20 hr)
5. Comisión permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, Secretaría de Salud, Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos (FEUM) 11ª Ed. México 2014.
6. Comparative Values of Borosilicate Glasses. (Internet) Disponible en: <http://www.fdglass.com/pdf/simax.pdf> (google, 23 Jul 2013, 18:12 hr)
7. Cousins, M. 20th Century Glass. Chartwell Books, Nueva Jersey 1989.
8. Creus, A. Instrumentos industriales, su ajuste y calibración. 3ª Ed. Ediciones Técnicas Marcombo, Barcelona Mar18, 2009.
9. Datos económicos- Cámara Nacional de la Industria Farmacéutica (Internet) Disponible en: <http://www.canifarma.org.mx/datoseconomicos.html> (google, 17 Ene 2014, 13:35 hr)
10. Douglas, A. Skoog. Stanley R. Crouch, F. James Holler, Principios de análisis instrumental / Principles of Instrumental Analysis .Editorial Cengage Learning Latin America. 2008.
11. Duarte, L. Buenas Prácticas de Laboratorio. UNAM Facultad de Química. México 1999.
12. Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en los servicios de calibración de recipientes volumétricos por el método gravimétrico. México 2005.
13. DURANGROUP – DURAN Properties. (Internet) Disponible en: <http://www.duran-group.com/en/about-duran/duranproperties.htm> (google, 20 Ago 2013,13:10hr)
14. DURAN® - Schott (Internet) Disponible en: <http://www.schott.com/tubing/english/download/schott-tubing> (google,02 Jun 2013, 10:10 hr)

-
15. Especialidades en metrología avanzada. (Internet) Disponible en:
<http://www.metrologia-ema.com> (google, 02 Jun 2015, 18:30hr)
 16. El misterio de las gotas del Príncipe Rupert (Internet) Disponible en:
<http://ciencia1729.blogspot.mx/2013/10/el-misterio-de-las-gotas-del-principe.html> (google, 15 Mar 2016, 18:23 hr)
 17. GK 800 Material Volumétrico 03 (Internet) Disponible en:
http://www.brand.de/.../GK800_03_Material_Volumetricos (google, 12 Ene 2014, 19:45 hr)
 18. Guidelines for quality management in projects – ISO (Internet) Disponible en:
http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm%3Fcsnumber (google, 30 Dic 2013, 07:21 hr)
 19. Harris, D. Análisis Química Cuantitativa. 3ª Ed. Editorial Reverté, s.a. Barcelona 2007.
 20. Inter American Accreditation Cooperation. Política para la Trazabilidad de los Resultados de Medición. 2003.
 21. IEC 60050. Electropedia: The World's Online Electrotechnical Vocabulary. IEC, Commission Electrotechnique Internationale. (Internet) Disponible en:
<http://www.electropedia.org> (google, 27 OCT 2015, 20:37 hr)
 22. ISO 9001. International Standard: Quality management systems – requirements. International Organization for Standardization. 2000.
 23. JCGM 200. International vocabulary of metrology—Basic and general Concepts and associated terms (VIM). 3rd Edition. 2008. (Internet) Disponible en:
<http://www.bipm.org> (google, 27 OCT 2015, 20:37 hr)
 24. Kaufman., Hansen A, RO. Principles of the Gravitational Methods. Amsterdam London. 2007
 25. KIMAX CATALOG revises 2 – Schoot. (Internet) Disponible en:
http://www.us.schoot.com/tubing/english/.../kimax_catalog. (google, 18 Ago 2013, 18:23 hr)
 26. Lichtenstein L., Heyd M., Crystalline to Vitreous Interfase in Two-Dimensional Silica Structures The Journal of Physical Chemistry C, 116 (38) Berlin, Germany (Received 22 May 2012; published 6 September 2012) Disponible en:
<http://www.experientiadocet.com> (google, 19 Mar 2016, 18:23 hr)
 27. La estructura del vidrio determinada átomo a átomo. (Internet) Disponible en:
<http://www.experientiadocet.com/2012/11/la-estructura-del-vidrio-determinada.html> (google, Ene 2016, 20:37 hr)
 28. Moro P. Metrología: Introducción Conceptos e Instrumentos. 2ª Ed. Servicio Publicaciones Universidad de Oviedo, España 2000.

-
29. Martínez A, T López. El mundo mágico del vidrio. 3ª Ed. Fondo de cultura Económica de España, S.L. 2008.
 30. Metrólogos Asociados. Guía metas.SA de C.V. Trazabilidad metrológica en sistemas de calidad. Abril 2003 #4, México 2003.
 31. Metrólogos Asociados. Guía metas.SA de C.V. Certificados de calibración. Octubre 2008 #10, México 2008.
 32. Metrólogos Asociados. Guía metas.SA de C.V. Proceso de confirmación metrológica Industrial.Año 3 #4, México 2004.
 33. Metrólogos Asociados. Guía metas.SA de C.V. ¿Verificaciones-Comprobaciones Intermedias? Año 8 #5, México 2009.
 34. Norma Mexicana NMX-EC-17025-IMNC-2006, Requisitos Generales para la competencia para los laboratorios de ensayo y de calibración.
 35. Norma Mexicana NMX-Z-055: 1996 IMNC Metrología – Vocabulario de términos fundamentales y generales; equivalente al documento International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1993.
 36. Norma Mexicana NMX-EC-900-IMNC-2000 – Sistemas de gestión de Calidad –Fundamentos y Vocabulario.
 37. Norma Oficial Mexicana NOM-059-SSA1-2013, Buenas prácticas de fabricación de medicamentos. 22 Julio 2013.
 38. Norma Oficial Mexicana NOM-059-SSA1-2015, Buenas prácticas de fabricación de medicamentos.
 39. Norma Oficial Mexicana NOM-BB-86-1982, Utensilios y recipientes volumétricos de vidrio para laboratorio-especificaciones.
 40. Ospina G. Gravimetría y volumetría. Fundamentación Experimental en Química Analítica. Ediciones Elizcom. Colombia 2010.
 41. PRODUCTOS KIMAX DE MÉXICO. Vitro Envases Norteamérica, México D.F.
 42. SCHOTT Technical Glasses. (Internet) Disponible en:
http://www.schott.com/tubing/english/.../schott-tubing_bro. (google, 04 Oct 2014, 14:17 hr)
 43. SEO Test Free Tool. (Internet) Disponible en:
<http://www.udel.edu/chem/GlassShop/Physical Properties.htm>. (google, 20 Sep 2013,11:10 hr)

-
44. TECHNICAL INFORMATION-Normag Labor (Internet) Disponible en:
http://www.laboratory-glassware.com/pdf/00_technical_information.pdf. (google, 17 Ago 2014, 18:23 hr)
 45. Trazabilidad en Medidas Físicas mediante calibración directa: Calibración de Material Volumétrico de Vidrio.Riu J., Boque R. A Maroto. Departamento de Química Analítica y Química Orgánica. Instituto de Estudios Avanzados Universitat Rovira i Virgili, Tarragona ,(2002). (Internet) Disponible en:
<http://www.quimica.urv.es/quimio> (google, 28 NOV 2014, 19:54 hr)
 46. W.H. Zachariasen (1932). "The Atomic Arrangement in Glass". J. Amer. Chem. Soc. 54: 3841.(Internet) Disponible en:
<http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ja01349a006?journalCode=jacsat>

12.0 ANEXO

12.1 Formulario

La verificación de recipientes de volumétricos para laboratorio se calcula por medio de la siguiente ecuación por lo que constituye el modelo matemático:

$$V_{20}(Mc) \left(\frac{1}{\rho_A - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B} \right) [1 - \alpha(T_{A-20})] \quad \text{Ecc 1.}$$

Dónde:

V20 Es el volumen d agua contenido en el matraz a la temperatura de 20 C, (mL)

Mc-Mb Es la masa del recipiente con agua(Mc) menos la masa del recipiente Vacío (Mb);es decir, la masa de agua contenida en el recipiente, (Ma) (g).

pA Es la densidad del agua que se usa en la calibración, calculada en la ecuación (2), o por medio de tablas de densidad del agua.

Pa Es la densidad del aire a las condiciones ambientales del laboratorio, calculada en la ecuación (3) o en la página del cenam.

<http://www.cenam.mx/publicaciones/cdensidad.aspx>),(g/mL)

Pb Es la densidad de las pesas de la balanza (8 g/mL), valor convencional según la recomendación internacional No.33 de la OIML.

α Coeficiente de expansión cúbica del material de fabricación (vidrio, plástico, etc) [$^{\circ}K^{-1}$]

TA Es la temperatura del agua medida durante la verificación, ($^{\circ}C$)

La densidad del agua está en función de la temperatura y es el calculado de acuerdo de acuerdo a la siguiente ecuación, ésta es válida para las temperaturas entre 0 $^{\circ}C$ y 40 $^{\circ}C$ y el modelo no considera correcciones por presión.

$$\rho_A = a_5 \left[1 - \frac{(T_A \alpha_A)^2 (T_A - a_2)}{a_3 (T_A + a_4)} \right] \quad \text{Ecc. 2}$$

Dónde:

T_A Temperatura del agua, en °C

α_1 (-3,983035 °C)

α_2 (301,797 °C)

α_3 522 528,9°C²

α_4 69, 348 81 °C

α_5 (0.999 974 950 g/mL)

La densidad del aire está en función de la presión atmosférica, la temperatura y la humedad relativa y se calcula de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$P\alpha = \frac{k_1 P_a + \varphi(k_2 T_a + k_3)}{(T_a + 273.1) * (1000)} \quad \text{Ecc. 3}$$

Dónde:

P_a Presión atmosférica, en hPa

Φ Humedad relativa, expresada en valor porcentual (e.g 40%)

T_A Temperatura del aire, en °C)

K_1 0,348 44 Kg °K/(m³hPa)

K_2 [-0,00252 Kg °K/(m³°C)]

K_3 0,020 582 Kg°K/m³

Nota: Para el cálculo de la densidad se puede utilizarse la página web del CENAM indicada anteriormente, en cuyo caso únicamente se requieren los datos de P_a (en Pa), φ y T_a

Como puede verse en la ecc. 2 y 3 las variables involucradas son: temperatura, presión atmosférica y humedad relativa. El último término de la ecc. 1 involucra también a la temperatura y el coeficiente de la expansión, si agrupamos esos términos en una sola variable tenemos la siguiente ecc.:

$$Z = \left(\frac{1}{P_A - P_a} \right) \left(1 - \frac{P_a}{P_B} \right) [1 - \alpha(T_A - 20)] \quad \text{Ecc. 4}$$

Si nos referimos a un tipo de material específico, por ejemplo el vidrio de borosilicato el coeficiente de expansión se vuelve una constante, si consideramos que la humedad relativa no influye significativamente en el valor de la densidad del aire (normalmente es menor al 5%) y a su vez esta variación en la densidad del aire no contribuye significativamente al valor de Z, podemos fijar una humedad relativa del 40% entonces se vuelve también constante, esto implica que entonces la ecuación 4, ahora depende únicamente de las variables de presión atmosférica y temperatura. De acuerdo a esto podemos tabular el valor de Z como una función de la presión atmosférica y la temperatura, cómo se puede ver en el anexo Tabla II (ver sección 11 anexos).

De acuerdo a lo indicado anteriormente la ecc. 1 se transformaría en la siguiente ecc:

$$v_{20}=(Mc - Mb) * Z \quad \text{Ecc.5}$$

Es importante mencionar que la ecuación 5 es aplicable únicamente a vidrio de borosilicato, y con las consideraciones indicadas.

CALCULOS:

Masa de H2O

$$Ma=\overline{P}_2 - \overline{P}_1 \quad \text{Ecc.6}$$

Calculo los promedios de la humedad relativa y las temperaturas del agua y del aire

$$T_A = \frac{T_{A2} + T_{A1}}{2} \quad \text{Ecc. 7}$$

$$T_a = \frac{T_{A2} + T_{A1}}{2} \quad \text{Ecc. 8}$$

$$\varphi_a = \frac{\varphi_2 + \varphi_1}{2} \quad \text{Ecc. 9}$$

Donde T_A y T_a son las temperaturas de agua y aire respectivamente y φ es la humedad relativa.

Calcule el valor a 20 °C de acuerdo a lo indicado en el inciso a o b.

a. Material de vidrio de borosilicato.

1. Si el material es de vidrio de Borosilicato obtenga el valor de Z de la tabla II (ver sección 9.2 –Fuentes de Incertidumbre), con el valor de temperatura y la presión atmosférica de 585 mm Hg.

2. Calcule el valor del material a 20 °C, de acuerdo a la ecc. 5

b. Otro tipo de material de construcción.

1. Seleccione el coeficiente de expansión que sea similar que sea similar a la siguiente tabla:

Material	$\alpha/1/(1/C)$
Vidrio boro-silicato	1×10^{-5}
Plástico (polipropileno)	2.4×10^{-7}
Acero inoxidable	4.77×10^{-5}
Acero al Carbón	3.3×10^{-5}

12.2 Fuentes de Incertidumbre

Fuente	Valor x_i	Fuente de información	Incertidumbre Original	Tipo de Distribución	Incertidumbre Estándar $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad C_i	Contribución $u_i(y)$	$(u_i(y))^2$	Grados de libertad ν_i
Mb	174.956								
Repetibilidad		mediciones	0.005 g	A, normal k=1	0.005 g	-1.00258 cm ³ /g	-5.01E-03 cm ³	2.51E-05	11
Resolución		escala	0.01 g	B, rect.	0.003 g	-1.00258 cm ³ /g	-3.01E-03 cm ³	9.05E-06	1.00E+02
Calibración		certificado de calibración	0.02 g	B, normal k=2	0.01 g	-1.00258 cm ³ /g	-1.00E-02 cm ³	1.01E-04	50
Mc	673.661								
Repetibilidad		Mediciones	0.019 g	A, normal k=1	0.019 g	1.002582 cm ³ /g	1.90E-02 cm ³	3.63E-04	9
Resolución		escala	0.01 g	B, rect.	0.003 g	1.002582 cm ³ /g	3.01E-03 cm ³	9.05E-06	1.00E+02
Calibración		certificado de calibración	0.02 g	B, normal k=2	0.01 g	1.002582 cm ³ /g	1.00E-02 cm ³	1.01E-04	50
Densidad del agua (T)	0.998 265	calculada	ver Anexo B		6.00E-05 g/cm ³	-501.342 cm ⁶ /g	-3.01E-02 cm ³	9.05E-04	100
Densidad aire	0.000956	calculada	ver Ref [3]		1.82E-06 g/cm ³	438,9 cm ⁶ /g	9.98E-04 cm ³	6.38E-07	100
Densidad masas	8	referencia	0.08 g/cm ³	B, rect.	0.04619 g/cm ³	7.50E-03 cm ⁶ /g	3.46E-04 cm ³	1.20E-07	100
Coefficiente de expansión cúbica	1.0E-05	referencia	5.00E-06 K ⁻¹	B, rect.	2.89E-06 K ⁻¹	149.997 cm ³ /K	4.33E-04 cm ³	1.87E-07	100
Temperatura	19.7								
Resolución del termómetro		escala	0.1 °C	B, rect.	0.028 °C	-0.00500 cm ³ /°C	-1.40E-04 cm ³	1.96E-08	1.00E+02
Calibración del termómetro		certificado de calibración	0.1 °C	B, normal k=2	0.05 °C	-0.00500 cm ³ /°C	-2.50E-04 cm ³	6.25E-08	50
Estabilidad de la temperatura		observación en pruebas	0.5 °C	B, rect.	0.28868 °C	-0.00500 cm ³ /°C	-1.44E-03 cm ³	2.08E-06	1.00E+06



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
"ZARAGOZA"



AGRADECIMIENTOS.....

A DIOS:

Gracias padre celestial por permitirme cumplir con esta meta.

Arturo Becerra Lugo.

Gracias por enseñarme el significado de las palabras hombre y trabajo, no sé cómo expresarte mi respeto y gratitud. Mi gran y primer maestro me has enseñado a no doblarme a seguir siempre adelante, a enfrentar la vida, ¡Gracias este triunfo es especialmente para ti!

Martha Amaya Pérez.

Ahora sé que si dios me mando un Ángel para mi ese eres tú mama, gracias por darme más que la vida, por darme todos esos valores principios, la tranquilidad, por todo tu amor y nobleza. ¡Gracias por levantarme siempre y nunca dejarme caer!

A mis hermanos

Sacnite a pesar de ser más pequeña me has demostrado lo grande que eres, la persistencia, la lucha, eres uno de mis ejemplos a seguir, para mi eres la mujer que vale por dos, Arturo Efraín, esas ganas con las que persigues tus sueños siempre me han contagiado para seguir adelante. ¡Gracias por su apoyo incondicional!,

A mis abuelos.

Mis segundos padres que sin pedirles nunca nada, me lo ofrecen todo, cuando estuve, enfermo. triste, angustiado, en algún momento de mi vida se hicieron cargo de mí. ¡Gracias abuelito por enseñarme a compartir y por confiar en mí!

M. en F. Idalia Flores Gómez

Gracias por la confianza brindada, por su tiempo, por permitirme ser su tesista y ayudarme a culminar una de mis metas, por ayudarme incondicionalmente, usted es otra de las mujeres que vale por dos, dios la bendiga a usted y a su hija. ¡Gracias mi profesora y ahora amiga!

Fabián Serrano

Amigo mío gracias por el apoyo durante nuestro tiempo de estudiantes, por tu tiempo, tus consejos, tu irreverencia e ironía, todas esas cosas que hicieron más fácil el camino a la escuela, gracias por darme la mano incondicionalmente. ¡Gracias siempre por brindarme tu amistad y hacerme sonreír!

Víctor Melo

“Gracias amigo siempre vi en ti un gran ejemplo de lucha y trabajo, gracias por el apoyo. Un abrazo hasta el cielo”

“Nuestras virtudes y nuestros defectos son inseparables, como la fuerza y la materia. Cuando se separan el hombre deja de existir”

NIKOLA TESLA