1. VERIFICACIÓN INTERMEDIAS DE MEDIOS ISOTERMICOS

Condiciones generales de prueba:

El equipo a verificar debe protegerse de grandes áreas emisoras de calor como las ventanas, irradiación solar directa y las fuertes corrientes de aire como las producidas por el aire acondicionado.

Durante la prueba, las condiciones ambientales deben ser lo más similares posibles a las rutinarias generalmente (18-27°C) y mantenerse constantes, para ello, los equipos que serán sometidos a la verificación junto con el patrón o el material de referencia deben estabilizarse a las condiciones ambientales del área de trabajo por lo menos dos horas antes. Las condiciones ambientales son monitoreadas a través de un termohigrómetro y son registradas en el formato R-6.4-02 VERIFICACIÓN INTERMEDIAS DE MEDIOS ISOTÉRMICOS.

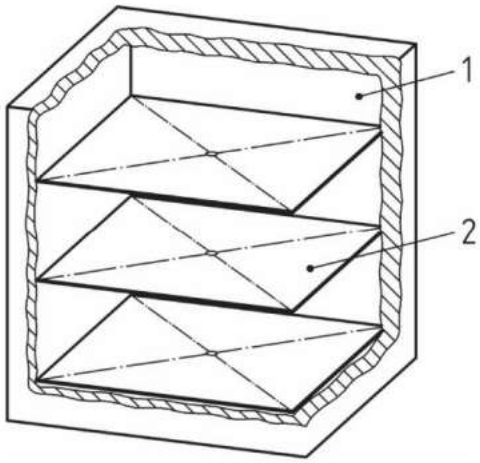
Idealmente la temperatura se determina en equipos vacíos incluyendo los accesorios como las bandejas ya que la temperatura puede variar considerablemente cuando esta densamente cargado o con muestras exotérmicas.

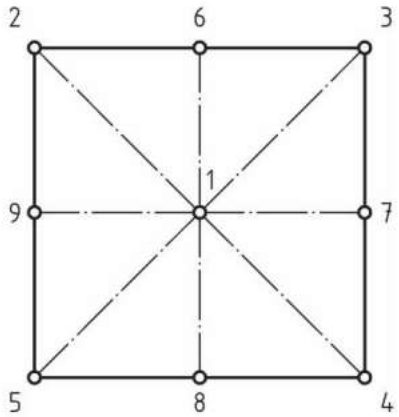
Si el equipo se encuentra apagado, deje que alcance la temperatura de prueba establecida, la prueba comenzará una vez alcanzado el equilibrio, pero no antes de dos horas después de encendido.

El material de referencia utilizado para los ensayos de medición debe tener una relación de incertidumbre expandida de 3:1 es decir, la incertidumbre del patrón debe ser tres veces mejor que la incertidumbre del equipo a verificar. Si el material de referencia no cumple con esta especificación está bien si se usa una relación 1:1.

Los puntos a verificar, serán designados por la temperatura estándar de funcionamiento.

La temperatura se medirá en dos planos de medición horizontales distribuidos equitativamente sobre la cámara interior (véase la Figura1). En cada plano de medición, la temperatura se medirá en 4 puntos (puntos 2 a 5 y 6 a 9 respectivamente) y un punto de medición adicional en el centro del espacio útil.





1. Cámara interior.
2. Plano de medición.

Disposición de los puntos de medición.

Figura 1 — Izq; planos de medición, Der: Puntos de medición.

Procedimiento:

a). Encender el equipo objeto de verificación, dejar que llegue a su temperatura establecida y registrar la información en el formato R-6.4-02 VERIFICACIONES INTERMEDIAS DE LOS EQUIPOS DE MEDICIÓN DE TEMPEREPATURA.

b). Ubicar el sensor calibrado en uno de los puntos, asegurándose de que permanezca estable y sin tocar las superficies.

c). Encender la termocupla y confirmar que la temperatura medida sea estable.

d). Registrar los valores de temperatura, teniendo en cuenta la corrección por calibración y la incertidumbre asociada a esta.

e). Abrir el compartimiento del equipo y reubicar con rapidez el sensor en otro punto; esperar 30 minutos para que la temperatura se estabilice antes de registrar la nueva medición.

f). Una vez completada la medición de todos los puntos, retirar el material de referencia y proseguir con la interpretación de resultados antes de continuar con los demás equipos.

Evaluar los resultados obtenidos, calcular el error y tomar decisiones en función de que dicho error se mantenga dentro de la tolerancia establecida por el método teniendo en cuenta la incertidumbre del equipo patrón.

2. VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE TERMOREACTORES.

a). El manejo del equipo debe hacerse conforme el instructivo de manejo del digestor que se esté usando.

b). Encienda el digestor y coloque aceite mineral en tres recipientes utilizados para la de digestión, si desea verificar temperaturas por encima de 80 °C, de lo contrario utilice agua. Llene hasta la mitad del volumen del recipiente. No verificar temperaturas superiores a 200 °C.

c). Ubique al azar los tubos en el digestor.

d). De acuerdo con el instructivo de manejo del digestor programe la temperatura a verificar y permita que el equipo la alcance y se estabilice.

e). Encienda la termocupla.

f). Ubique el sensor de la termocupla dentro del líquido del frasco y espere a que la lectura estabilice, registre la temperatura medida en el formato R-6.4-02 VERIFICACIONES INTERMEDIAS DE LOS EQUIPOS DE MEDICIÓN DE TEMPEREPATURA en la casilla “Lectura del patrón”. Registre la hora de la medición.

g). Repita el paso f). para realizar la medición en los frascos 2 y 3.

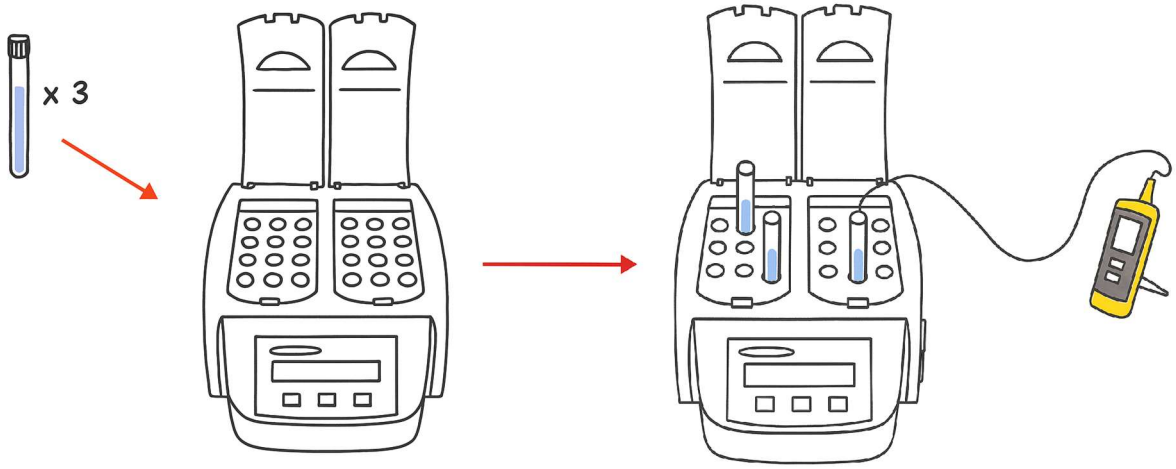


Figura 2 — Izq; Ajuste la temperatura y ubique los tubos con líquido, Der: Mida la temperatura del líquido del tubo.

h). Evaluar los resultados obtenidos, calcular el error y tomar decisiones en función de que dicho error se mantenga dentro de la tolerancia establecida por el método teniendo en cuenta la incertidumbre del equipo patrón.

i). Si la verificación no cumple informe al Líder Técnico.

3. VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE TERMÓMETROS.

Condiciones generales de prueba:

La verificación de los termómetros se hace por el método de comparación. Este método consiste básicamente en comparar directamente dentro de un medio de temperatura controlada el termómetro a verificar contra un termómetro patrón, el cual debe ser de mayor exactitud que el termómetro bajo verificación.

Las condiciones ambientales deben cumplir con las especificaciones de operación dadas por el laboratorio (18-27°C).

Procedimiento:

a). inspección visual: verificar la presencia de burbujas o separación de la columna de mercurio en los termómetros de vidrio antes de ser sometidos a la verificación. Si este es el caso, enfriar el bulbo del termómetro con hielo para intentarla unirla; para los termómetros digitales se puede revisar que contenga baterías apropiadas

y estas funcionen correctamente, de igual manera se puede comprobar que no presenten daños en la pantalla indicadora o en los cables conectores.

b). Seleccione trozos de hielo transparentes hecho con agua destilada. Deseche las partes turbias o poco sólidas y tritúrelo en trozos pequeños, evitando el contacto directo con las manos o cualquier objeto químicamente contaminado para lo que puede utilizarse una cuchara de plástico o de acero inoxidable. Llene un beaker con el hielo picado y agregue suficiente agua destilada, preferiblemente preenfriada, para forma aguanieve, pero no la suficiente para que flote. A medida que el hielo se derrita, será necesario drenar parte del agua y agregar más hielo picado.

c). Sumergir completamente los termómetros de vidrio en el baño, excepto en casos en que el fabricante recomiende otra forma (termómetros de inmersión parcial). A los termómetros digitales solo se les debe sumergir el bulbo.

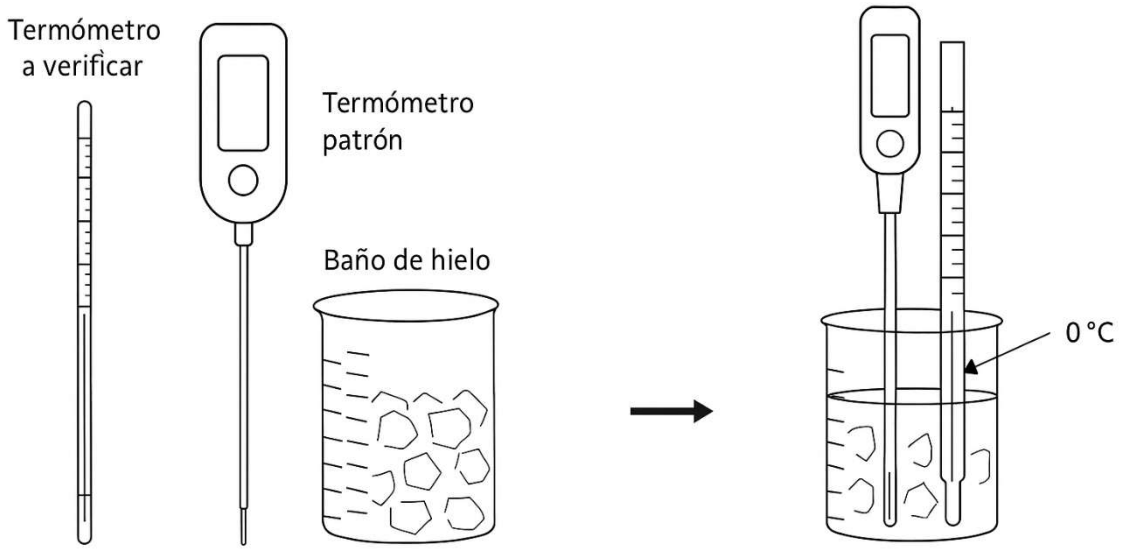


Figura 3 — Ejemplo de montaje para verificar temperatura a punto de hielo.

d). Verificación a punto de hielo (0 °C): introducir el termómetro a verificar y el termómetro patrón en la parte central del baño de hielo. Procurar que los bulbos o sensores de ambos termómetros queden a la misma altura, totalmente rodeados de hielo y que la escala por debajo de cero de los termómetros de vidrio quede sumergida. Después de al menos tres minutos realizar la lectura de temperaturas en el siguiente orden: patrón, termómetro a verificar y patrón. Verificar que la

temperatura es 0 °C. Realizar cinco lecturas adicionales en el mismo orden y registrar en el Formato Verificación Intermedias de Termómetros.

e). Se considera que la diferencia entre la primera y la segunda medida del patrón puede ser debida a la falta de estabilidad del medio isotermo. Se permite que dicha diferencia esté dentro de los límites de estabilidad del medio isotermo utilizado, para asegurarse de que las medidas se han tomado con el medio isotermo suficientemente estable (sistema bajo control). Según ASTM E563 un baño de punto de hielo preparado con hielo de agua destilada y agua destilada fría, típicamente tiene una temperatura de 0,000 ±0,002 °C. Por lo tanto, cuando el baño se utiliza como referencia de temperatura de punto fijo, se asume que la temperatura del baño es de 0,0°C, con una incertidumbre que depende del cuidado con el que se instaló y mantuvo el baño.

f). Para los termómetros infrarrojos realizar las mediciones desde una distancia de 10–15 cm, de formas perpendicular.

g). Verificación a temperaturas diferentes de cero: Si se requiere, repetir las actividades para verificación a punto de hielo. Se debe garantizar que los termómetros de vidrio se mantengan de forma vertical y que el baño se mantenga a temperatura constante durante la verificación. Se puede utilizar agua, aceite mineral u otras sustancias que no generen vapores tóxicos. Registrar los resultados en el Formato R-6.4-14 Verificación Intermedias de Termómetros.

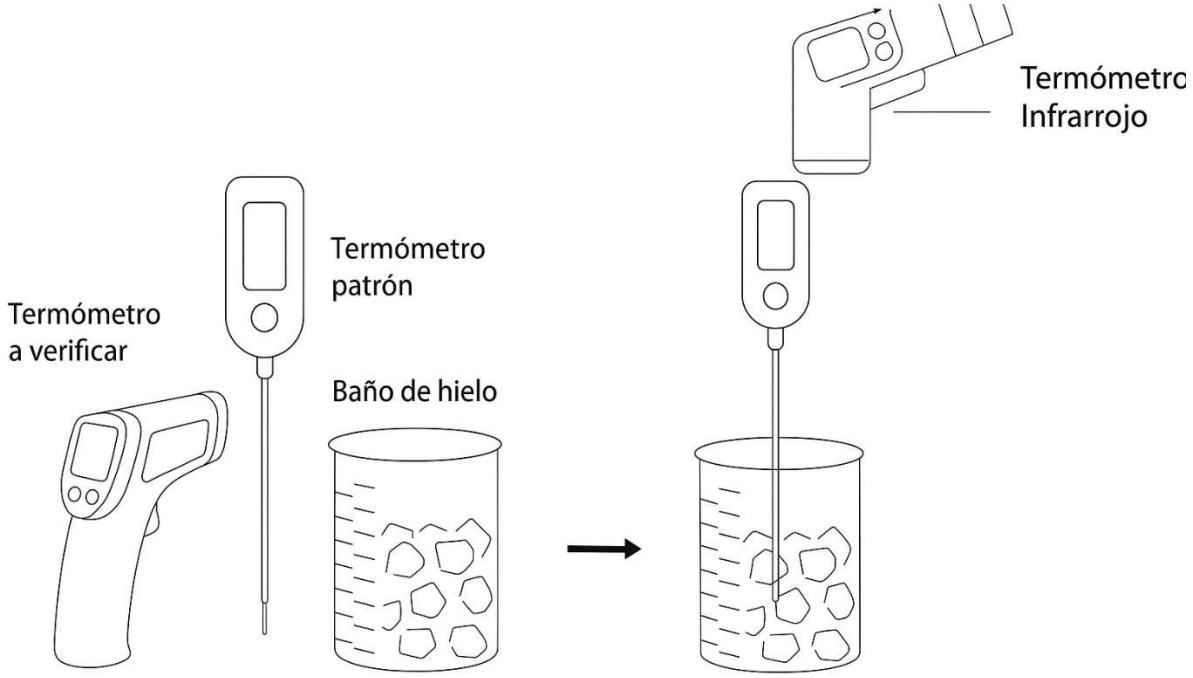


Figura 4 — Ejemplo de montaje para verificar temperatura a punto de hielo con termómetros IR.

Determinar la media aritmética de las lecturas obtenidas por el termómetro bajo verificación y por el termómetro patrón de referencia. La temperatura de referencia se considerará como la media de las dos lecturas de los patrones. La diferencia entre estas medias corresponde al error de indicación del termómetro en evaluación respecto al patrón. El termómetro será considerado conforme si cumple con los siguientes requisitos:

Inspección visual: El instrumento no debe presentar daños físicos, alteraciones, ni defectos que afecten su integridad, legibilidad o funcionamiento.

Evaluación metrológica:

Para termómetros con división mínima de 1 °C, la diferencia entre las medias de lectura del termómetro en evaluación y del patrón de referencia no debe exceder los ±1,0 °C en el punto de temperatura evaluado.

Para termómetros con división mínima de 2 °C, la diferencia mencionada no debe superar los ±2,0 °C.

ASTM International. (2021). ASTM E77-14(2021), Standard Test Method for Inspection and Verification of Thermometers. West Conshohocken, PA: ASTM International.

ASTM International. (2021). ASTM E2847-21, Standard Practice for Calibration and Accuracy Verification of Wideband Infrared Thermometers. West Conshohocken, PA: ASTM International.

ASTM International. (2005). ASTM E563, Standard Practice for Preparation and Use of an Ice-Point Bath as a Reference Temperature. West Conshohocken, PA: ASTM International.

Nordtest Method NT VVS 103, *Thermometers, Contact, Direct Reading: Calibration*, Nordtest, Espoo, Finland, 1994-09.

Instituto Nacional de Metrología. (2022). GTC 342: Guía para la calibración de termómetros digitales con sensor tipo PRT, termistor y termopar en baños líquidos y hornos de bloque metálico. Bogotá, Colombia: ICONTEC.

4. VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE BALANZAS

Condiciones generales de prueba.

Para evitar interferencias y limitaciones en la correcta operación de las balanzas analíticas, se debe tener en cuenta lo siguiente: vibraciones, precipitaciones y corrientes de aire; y/o limitaciones y restricciones mecánicas.

La temperatura del aire debe llegar a: - 10 °C / + 40 °C y la humedad relativa no debe pasar de 80%.

Durante el uso del instrumento, el cambio de temperatura no debe exceder los 3°C durante la hora.

Cargue el plato de pesaje de la balanza con cargas cuya masa bruta no exceda el rango de medición del instrumento (Capacidad mínima - capacidad máxima).

Tenga cuidado con la carga dinámica y la sobrecarga de balanza de la masa superando el límite de la carga.

No deje cargas pesadas en el plato de pesaje de la balanza por un período de tiempo largo.

En caso de alguna falla, desenchufe inmediatamente el instrumento de la red eléctrica.

Procedimiento:

a). Cuando utilice pesas patrón no olvide hacer uso de guantes, (para no transferir grasa propia de las manos) no golpearlas, ni dejarlas caer.

b). Limpiar el plato, la balanza, el mesón.

c). Verificar el nivel de la balanza y ajustar si es necesario. Cierre todas las compuertas de la balanza.

d). Antes de comenzar el proceso de verificación, la balanza debe haber permanecido encendida al menos por un lapso de 30 minutos para su calentamiento.

e). Antes de tomar la primera lectura se recomienda ajustar a cero.

Prueba de repetibilidad:

La NTC 2031:2014. indica que se deben realizar dos series de pesajes: una con una carga de aproximadamente del 50 % y otra con una carga cercana al 100 % de la carga Máxima.

En el laboratorio, el procedimiento se lleva a cabo utilizando masas que se encuentran dentro del intervalo operativo, aplicando y retirando la carga en el centro del platillo de la balanza de forma sucesiva: para las balanzas tipo I, se emplea una masa de carga baja (10 mg), una de carga media (100 g) y otra de carga alta (200 g), realizando cinco repeticiones.

Para las balanzas tipo II se efectúan 10 repeticiones, colocando en el centro del platillo una masa de carga baja 10 gramos y una masa de nivel medio-alto de 100 gramos.

Registrar los valores obtenidos en el formato R-6.4-04 VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE BALANZAS TIPO I y R-6.4-04 VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE BALANZAS TIPO II

Prueba de exactitud también denominada linealidad:

Antes de iniciar la prueba, la balanza se ajusta a cero. La prueba consiste en realizar un mínimo de 2 ciclos con 5 pesas de diferente masa cada una, para realizar un barrido desde la carga mínima hasta la carga máxima de la balanza y regresando en forma ascendente hasta la carga más baja con la que se inició el proceso, evaluando distintos puntos del rango de pesaje.

Esta prueba se debe realizar sin dejar que la balanza vuelva a cero, por lo tanto, es necesario cargar en el platillo la pesa siguiente antes de descargar la anterior.

Las pesas que se utilizan para las balanzas tipo I son: 0,01g, 10 g, 50g, 100 g, 200 g. y para la balanza tipo II: 0,01g, 10 g, 50g, 100 g, 200 g. Registrar los valores obtenidos en el formato R-6.4-04 VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE BALANZAS TIPO I y R-6.4-04 VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE BALANZAS TIPO II

Prueba de excentricidad:

Consiste en evaluar la balanza en puntos diferentes al centro del platillo de la balanza. Se realiza con la pesa de 100 g. Según la forma del platillo se sigue el orden que se muestra a continuación para ubicar la carga, en los diferentes puntos.

Colocar la carga en 5 puntos diferentes del disco, empezando por el punto 1. En cada pesada esperar que la lectura se estabilice. Registrar el resultado en el formato R-6.4-04 VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE BALANZAS TIPO I y R-6.4-04 VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE BALANZAS TIPO II

Dejar que la balanza llegue a cero o ajustar la lectura a cero, antes de colocar la pesa patrón en los otros puntos.

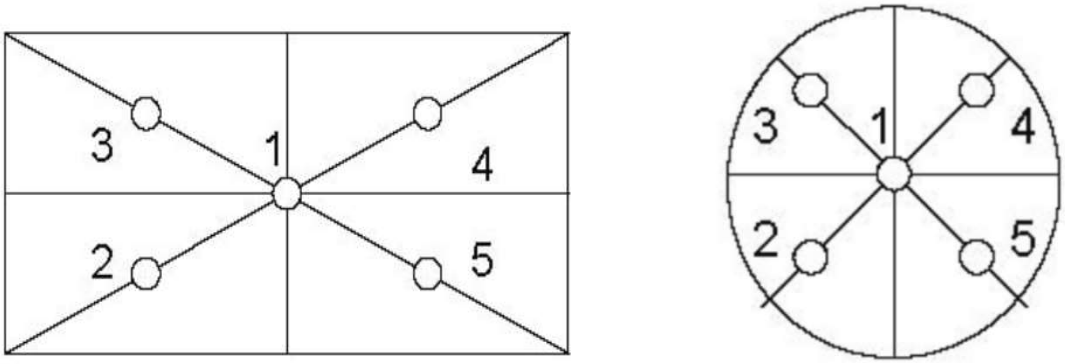


Figura 5 — Grafica de excentricidad tomada de NTC: 2031.

Criterio de conformidad:

La normativa indica que la diferencia entre mediciones consecutivas no debe exceder el valor absoluto del error máximo tolerado para la balanza, y que la desviación estándar no debe ser superior a tres veces dicho EMP. Si estas condiciones no se cumplen, es probable que la balanza presente problemas de estabilidad o exactitud.

Errores máximos permitidos en la verificación inicial	Para cargas, m, expresadas en divisiones de escala de verificación, e	
	Balanzas tipo I	Balanzas tipo II
± 0,5 e ± 1,0 e ± 1,5 e	0 ≤ m ≤ 50 000 50 000 < m ≤ 200 000 200 000 < m	0 ≤ m ≤ 5 000 5 000 < m ≤ 20000 20 000 < m ≤ 100000

Tabla 1. Errores máximos permitidos en función del número de divisiones ("e") para la verificación inicial.

Ejemplo: si una balanza tipo II tiene una escala de verificación (e) de 0,1 g y se aplica una carga de 100 g, esto corresponde a 1000e (100 g / 0,1g/e). Dado que 1000e está entre 0e y 5000e, el EMP correspondiente es ±0,5e, es decir, ±0,05 g (0,5e x 0,1g/e). Según la normativa, los errores máximos permitidos en condiciones de servicio deben ser el doble de los establecidos para la verificación inicial, por lo tanto: ±0,05 g × 2 = ±0,10 g.

Debe tenerse en cuenta la incertidumbre asociada a cada balanza para evaluar si el error determinado durante la verificación podría superar el límite del error máximo permitido (EMP). En este contexto: si la suma del error y su incertidumbre excede el EMP, se considera que *no cumple*; si dicha suma se encuentra completamente dentro del EMP, se considera que *cumple.*

ICONTEC. (2014). NTC 2031:2014. Instrumentos de pesaje de funcionamiento no automáticos. Requisitos metrológicos y técnicos. Pruebas. Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación.
Nota: Esta norma es una adopción idéntica por traducción (IDT) de la Recomendación Internacional OIML R 76-1:2006.

5. VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE MATERIAL VOLUMÉTRICO.

La verificación de la capacidad de cualquier implemento de medición de volúmenes del laboratorio se realizará determinando la masa de un líquido de densidad conocida, en este caso agua y se efectúa una conversión de los valores obtenidos a un volumen a una temperatura de referencia dada, normalmente 20 °C.

La verificación aquí descrita es una metodología gravimétrica alternativa que tiene en cuenta, la dilatación térmica del líquido (en este caso, agua), ya que el volumen varia con la temperatura. También, se evalúa el error por empuje del aire (flotación), ya que el aire ejerce una pequeña fuerza de flotación sobre el líquido evaluado en la balanza. Además, se tiene en cuenta la diferencia entre la densidad real del líquido y la densidad de las pesas utilizadas para la calibrar la balanza. El cálculo del volumen del agua medida se realiza mediante la siguiente fórmula matemática tomada del Capítulos sobre mediciones volumétricas del libro *Fundamentals of Analytical Chemistry* (9th ed.)

$$V_{20} = V_T \left[1 + 0{,}00025 \times (20 - T) \times \frac{m_A}{d_A} \times \left(1 + \frac{d_{\text{aire}}}{d_A} - \frac{d_{\text{aire}}}{d_P}\right)\right]$$

donde:

V_{20} = Volumen calibrado, mL
V_T = Volumen medido a la temperatura registrada, mL
T = Temperatura del agua registrada durante la medición, °C
m_A = Masa aparente registrada del agua, g
d_A = Densidad del agua a la temperatura de medición, g/cm^3
d_{aire} = Densidad del aire a la temperatura ambiente
d_P = Densidad de las pesas con que se calibra la balanza (de Acero inoxidable =7,95 g/ cm^3)
20 = 20°C, temperatura de referencia para la verificación
0,00025 = coeficiente de expansión térmica para soluciones acuosas diluidas

Los datos de las variables de la densidad del aire y la densidad del agua para las condiciones específicas de las verificaciones se tomarán de la literatura (ISO 4787:2021 y ASTM E542-22). La ejecución y registro de este procedimiento se llevará en el formato de registro R-6.4-10.

Verificación Intermedia De Las Unidades Intercambiables Del Titulador Automático

Se deben alistar, limpiar y secar si es necesario todos los implementos a utilizar, estos mismo incluyendo el agua grado reactivo necesaria se tienen que acondicionar previamente a la temperatura ambiente de ejecución, por los menos una hora antes, una vez contempladas las preparaciones previas, la ejecución se lleva a cabo de la siguiente forma:

a). Se coloca un beaker limpio y seco de capacidad adecuada en el plato de la balanza ajustada a cero y se registrara la masa en el formato de registro R-6.4-10 VERIFICACIONES DE MATERIAL VOLUMÉTRICO CONVENCIONAL Y DE PRECISIÓN.

b). Colocar la unidad junto a la balanza y se carga el cilindro y la bureta con agua destilada previamente acondicionada.

C). Con un termómetro de vidrio medir la temperatura del agua a utilizar durante la verificación.

d). Se agrega con la unidad al beaker en la balanza el volumen de agua correspondiente (10 %, 50 % o 100 % del valor máximo) en intervalos de 2 ml aproximadamente utilizando el panel manual del titulador y evitando salpicaduras. Se registra los datos en el formato de registro.

e). Se realizan 10 repetición para los tres puntos del rango de medición del instrumento (10 %, 50 % y al 100 % de su capacidad máxima) registrando todos los datos obtenido.

Verificación de Micropipetas.

El procedimiento aplica para la verificación de las micropipetas de un único canal, de pistón e interface de aire y de valor nominal fijo o variable. Se deben alistar, limpiar y secar si es necesario todos los implementos a utilizar, estos mismo incluyendo el agua grado reactivo necesaria se tienen que acondicionar previamente a la temperatura ambiente de ejecución, por lo menos una hora antes.

Una vez completadas las preparaciones previas, la ejecución se lleva a cabo de la siguiente forma:

a). Se coloca un beaker limpio y seco de capacidad adecuada en el plato de la balanza y se registrara la masa.

b). Con un termómetro de vidrio medir la temperatura del agua a utilizar durante la verificación.

c). Se toma el volumen seleccionado previamente con la micropipeta, verificar que no tenga burbujas. Colocar la punta sobre la superficie del beaker con un ángulo de inclinación de aproximadamente 30° a 45°, y expulsar suavemente el agua.

d). Cuando sea necesario, sacar dentro del beaker la última gota de la punta de la micropipeta bajando el embolo hasta el último tope.

e). Registrar los resultados obtenidos la masa del conjunto, la temperatura del agua, y demás datos de las variables requeridas en el formato de registro R-6.4-10 VERIFICACIÓN DEL MATERIAL VOLUMÉTRICO.

f). Repetir los mismos pasos anteriores (Del a hasta f) y realizar 10 medidas cambiando la punta de la micropipeta por lo menos tres veces.

Según la norma NTC ISO 8655-2 se verifican 3 valores del rango del instrumento cuando este lo permite, el 10 %, el 50 % y el 100 % del valor máximo. Los errores máximos permitidos de acuerdo con el rango de medición se describen en la tabla 2.

Rango de transferpipeta	**Valor de volumen a verificar**		**Error máximo permitido, µL**
Transferpipeta 100 µL	10 % del valor máximo	No aplica	No aplica

	50 % del valor máximo	No aplica	No aplica
	100 % del valor máximo	100 µL	0,8
Transferpipeta 10- 100 µL	10 % del valor máximo	10 µL	0,8
	50 % del valor máximo	50 µL	0,8
	100 % del valor máximo	100 µL	0,8
Transferpipeta 100 - 1000 µL	10 % del valor máximo	100 µL	8,0
	50 % del valor máximo	500 µL	8,0
	100 % del valor máximo	1000 µL	8,0
Transferpipeta 1000- 10000 µL	10 % del valor máximo	1000 µL	60,0
	50 % del valor máximo	5000 µL	60,0
	100 % del valor máximo	10000 µL	60,0

Tabla 2 **Errores máximos permitidos de acuerdo con el rango de la transferpipeta a verificar**

Balones aforados:

Al igual que el caso verificación de micropipetas también se tiene que realizar el alistamiento de todos los implementos a utilizar, se deben limpiar, secar y acondicionar al ambiente de ejecución. El procedimiento es el siguiente:

a). Se coloca el balón a verificar (limpio y seco) en la balanza previamente tarada a cero y se registra la masa en el formato de registro R-6.4-10 VERIFICACIÓN DEL MATERIAL VOLUMÉTRICO.

b). Con un termómetro de vidrio medir la temperatura del agua a utilizar durante la verificación.

c). Se retira el balón de la balanza, se llena con agua hasta la marca de aforo y luego se coloca nuevamente sobre la balanza. A continuación, se registra el valor de masa obtenido en el formato R-6.4-10 VERIFICACIÓN DEL MATERIAL VOLUMÉTRICO junto con los demás datos requeridos.

d). El procedimiento de llenado, aforo y registro de datos se repite nueve veces adicionales. Antes de cada nueva medición, se debe vaciar completamente el balón y asegurarse de que esté completamente seco.

Se evalúan los resultados obtenidos: el promedio de las 10 mediciones debe estar dentro del rango definido por el valor nominal ± el error máximo permitido para cada instrumento. En caso de no cumplir con este criterio, se debe informar al jefe de

área y/o coordinador de calidad para que tome las acciones correctivas correspondientes.

Probetas graduadas

Se aplica el mismo procedimiento utilizado para los balones aforados. Además, la verificación se realiza en tres puntos del rango de medición del instrumento: al 10 %, al 50 % y al 100 % de su capacidad máxima.

Pipetas aforadas.

Se deben alistar, limpiar, secar y rotular si es necesario todos los implementos a utilizar, estos mismo incluyendo el agua grado reactivo necesaria se tienen que acondicionar previamente a la temperatura ambiente de ejecución, por lo menos una hora antes.

a). Se coloca un beaker limpio y seco de capacidad adecuada en el plato de la balanza y se registrara la masa.

b). Con un termómetro de vidrio medir la temperatura del agua a utilizar durante la verificación.

c). Se llena la pipeta hasta la marca de aforo, asegurándose de que no queden burbujas en su interior. Luego, se coloca la punta sobre la superficie interna del beaker, inclinándola en un ángulo aproximado de 30° a 45°, y se vierte el agua suavemente en su interior.

d). Anotar los resultados obtenidos, incluyendo la masa del conjunto, la temperatura del agua y las demás variables requeridas, en el formato de registro R-6.4-10 VERIFICACIÓN DEL MATERIAL VOLUMÉTRICO.

e). Se repite 9 veces más el mismo proceso, registrar los datos en el formato y se evalúan los resultados obtenidos como para el caso de balones aforados.

Pipetas graduadas y buretas.

Se sigue el mismo procedimiento que para pipetas aforadas, salvo que el procedimiento se repite en tres puntos del rango de medición del instrumento: al 10 %, al 50 % y al 100 % de su capacidad máxima.

6. VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE COLUMNAS CROMATOGRÁFICAS.

a). Las columnas cromatográficas son piezas especiales que requieren seguimiento y verificación para asegurar su funcionamiento apropiado. Para este efecto se mide la resolución entre picos, en especial aquellos del cromatograma que puedan estar menos separados. Los picos que se monitorean se definen para cada método en la sección de Verificación instrumental.

b). La resolución se calcula usando el tiempo de retención (*t*) y el ancho en la línea base (*w*) de los picos A y B de la siguiente manera:

$$R = \frac{2(t_B - t_A)}{(w_B + w_A)}$$

c). La resolución también se calcula usando el tiempo de retención (*t*) y el ancho a la altura media del pico ($w_{1/2}$) de los picos A y B de la siguiente manera:

$$R_{1/2} = \frac{2(t_B - t_A)}{1{,}7\left(w_{1/2\,B} + w_{1/2\,A}\right)}$$

d). La resolución se puede calcular ya sea en la línea base o a la altura media del pico. Ambos resultados son equivalentes y el uso de una u otra fórmula depende de la disponibilidad de la información que ofrezca el cromatógrafo. En algunos casos los programas calculan inmediatamente la resolución entre picos usando la resolución a la altura media del pico ($R_{1/2}$).

e). El límite mínimo de resolución entre dichos picos debe ser de uno (1). Valores más pequeños indican pérdida de la capacidad de separación de la columna. En caso de que se incumplan los criterios de verificación se debe realizar un mantenimiento rutinario a la columna, como limpieza con solventes a contraflujo o limpieza térmica. Si aún después del mantenimiento no es posible obtener una resolución apropiada es imperativo el cambio de la columna cromatográfica antes de proseguir con cualquier análisis.

7. VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE ESPECTROFOTÓMETRO.

Control de la exactitud fotométrica

Realizar 6 lecturas consecutivas de la solución de concentración 60 mg/L de dicromato de potasio en ácido sulfúrico al 0,005 mol/L, en las longitudes de onda de 235, 257, 313 y 350 nm; Seguido realizar 6 lecturas consecutivas de la solución de concentración de 20 g/L de sulfato de cobre en ácido sulfúrico (10 mL), en las

longitudes de onda de 600, 650, 700 y 750 nm, registrando los valores y confrontándolos con los siguientes valores de referencia:

	Longitud de onda (nm)	Absorbancia de Referencia
Rango UV Solución de dicromato de potasio en ácido sulfúrico	235	0,748
	257	0,865
	313	0,292
	350	0,640
Rango Vis Solución de sulfato de cobre en ácido sulfúrico	600	0,068
	650	0,224
	700	0,527
	750	0,817

El error se calcula a través de la diferencia de la absorbancia de la solución con respecto a la absorbancia de referencia, sobre la absorbancia de referencia multiplicado todo por 100%, la ecuación es la siguiente:

$$\%ER = 100.\frac{|V_m - V_{ref}|}{V_{ref}}$$

El error máximo permitido para las lecturas de exactitud fotométrica es del ± 5%, con los resultados obtenidos de la solución de dicromato de potasio se puede determinar la presión fotométrica donde las lecturas deben tener un coeficiente de variación máximo permitido es del ± 3%.

Control de la linealidad fotométrica

Realizando lecturas de absorbancia de la serie de soluciones de dicromato de potasio (0,02; 0,04; 0,06; 0,08 y 0,1 g L-1), utilizando la solución de ácido sulfúrico 0,005 mol L-1 para realizar el ajuste a 0 de absorbancia del equipo. Las longitudes de onda a que se realizan las lecturas serán: 235, 257, 313 y 350 nm. Los resultados son graficados y se evalúa el coeficiente de regresión linear el cual es aceptable si es ≥0,999.

8. VERIFICACIÓN INTERMEDIA DE CRONOMETROS.

Condiciones generales de prueba:

Este método se basa en una comparación indirecta entre el cronómetro y una referencia trazable al tiempo oficial.

Aunque este procedimiento no exige condiciones ambientales especiales, los cronómetros pueden verse afectados por temperaturas extremas. Por eso, es recomendable realizar las verificaciones en un ambiente controlado, como las rutinarias en el laboratorio. Además, se deben anotar los valores de temperatura y humedad relativa durante la calibración.

Asegúrese de que el cronómetro o dispositivo de cronometraje que se va a verificar esté preparado y funcionando correctamente. Las pilas deben ser nuevas, si corresponde. El encargado debe familiarizarse con el funcionamiento de cada botón (inicio, parada, reinicio) del cronómetro o dispositivo de cronometraje. El cronómetro o dispositivo de cronometraje debe funcionar con suavidad y libertad.

Cuando se verifica un cronómetro, es importante que el margen de error aceptable sea muy pequeño. En este caso, se quiere un máximo del 0.02% del tiempo total medido. Por ejemplo, si se miden 3 horas (10 800 segundos), el error permitido es: $10{,}800 \times 0.0002 = 2.16$ segundos. Pero los resultados deben truncarse al décimo de segundo más cercano (por ejemplo, 2.1 s, no 2.16 s)

Uno de los mayores factores de error al usar cronómetros manualmente es el tiempo de reacción humana (el tiempo que tarda una persona en presionar el botón de inicio y parada). Esta reacción puede variar en promedio 300 milisegundos (ms)

horas	Minutos	Segundos	Incertidumbre (%)
		10	3
	1	60	0.5
	10	600	0.05
	30	1800	0.01666
1	60	3600	0,00833
2	120	7200	0,00416
6	360	21 600	0,00138
12	720	43 200	0.00069
24	1440	86 400	0,00035

Como muestra la tabla, cuanto más largo sea el intervalo de tiempo durante el cual se realiza la medición, menor será el efecto de la incertidumbre asociada al inicio y parada por parte del operador. Por ello, es preferible medir durante el mayor tiempo práctico posible

Supongamos que se acepta una incertidumbre de medición de 0,02% (2×10^{-4}). Ahora bien, si se sabe que la variación en el tiempo de reacción humana es de 300 milisegundos (ms) y se quiere que ese valor represente solo un 0,02% del total de la medición, entonces se necesita medir durante al menos: 3 ÷ 0,0002=1,500 segundos

Sin embargo, esto sería un mínimo teórico, y medir justo 1500 s implicaría que la única fuente de incertidumbre relevante sería el tiempo de reacción, lo cual no es realista. Hay otras fuentes de error, por lo tanto, se recomienda extender aún más el tiempo de medición.

Procedimiento:

a). Se usó como referencia el sitio de reloj atómico en línea (https://horalegal.inm.gov.co/), comparando el tiempo medido por el cronómetro frente al tiempo esperado.

b). Iniciar el cronómetro manualmente al coincidir con el tiempo exacto mostrado en la referencia y se anota la hora oficial.

c). Dejar correr el cronómetro por un tiempo significativo 3 intervalos de 30 minutos cada uno.

d). Cuando trascurra el tiempo especificado se detiene el cronómetro y se anota nuevamente la hora oficial.

e). Se resta la hora de inicio a la hora de parada para obtener el intervalo de tiempo real.

f). Comparar el tiempo medido por el cronómetro con el intervalo real. Si la diferencia está dentro de la tolerancia aceptable, el cronómetro es conforme . Si la diferencia excede la tolerancia, el cronómetro debe ser ajustado o rechazado. Los datos deben ser registrados en el formato de R-6.4-13 Verificación intermedia de Cronómetros.

National Institute of Standards and Technology (NIST). (2025). *NIST Handbook 44: Specifications, tolerances, and other technical requirements for weighing and measuring devices*. U.S. Department of Commerce.

National Institute of Standards and Technology. (2006). *NIST Handbook 105-5: Specifications and tolerances for stopwatch and timer calibration procedures*. U.S. Department of Commerce.

9. REFERENCIAS

- Institut für Normung e. V. (2007). DIN 12880:2007-05: Electrical laboratory devices – Heating ovens and incubators. DIN.
-
- ASTM E925 −09(2022) Monitoring the Calibration of Ultraviolet-Visible Spectrophotometers whose Spectral Bandwidth does not Exceed 2 nm1
- Norma Técnica Colombiana NTC 4057 del 27 de noviembre de 1996 – METROLOGÍA: Lineamientos para la determinación de intervalos de recalibración de equipos de medición usados en Laboratorios de ensayo.
- Norma Cubana NC 758 del 2027. Espectrofotómetros y fotómetros — métodos y medios de verificación.

10. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
12/10/2010	300-03-10-23-1426	01	Aprobación inicial con código y nombre "D-5.5-01: VERIFICACIONES INTERMEDIAS DE LOS EQUIPOS DE MEDICIÓN Y/O ENSAYO".
10/09/2014	300-03-10-23-1297	02	Se incluyen los Ítem relacionados a *"Verificación de Material Volumétrico Convencional", "Verificación De Material Volumétrico de Precisión"* y *"Verificación De Columnas Cromatográficas".*
04/05/2016	300-03-10-23-0486	03	Se incluye en el numeral 1 que en el caso de termocuplas, se deben sumergir el equipo calibrado y la termocupla en una misma muestra o solución a la misma altura.
05/10/2016	300-03-10-23-1303	04	Se actualiza el logo corporativo. Se incluyen los criterios de aceptación para las verificaciones de los equipos de temperatura y balanzas.
27/05/2019	300-03-10-23-0615	05	Se añade el punto 7 de "Referencias" – NTC 4057 de 1996 de la cual se tomaron bases para las mejoras aplicadas en el punto 1 "Verificación de equipos de temperatura y termocuplas", donde se indica: - Realización de 3 mediciones por cada punto de control a verificar en los diferentes equipos. - Tiempo de estabilización de la verificación en caso de contar con medidor infrarrojo. - Tener en cuenta los valores de incertidumbre asociados a las correcciones de las medidas verificadas. - Realizar promedio de las verificaciones por set de control, y estadística básica que indique grado de desviación respecto de la referencia.
19/11/2019	300-03-10-23-1429	06	Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.5-01 a D-6.4-01 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017.
17/03/2021	300-03-10-23-0364	07	En el ítem 4 "VERIFICACIÓN DE MATERIAL VOLUMÉTRICO CONVENCIONAL" se deja claro que todo el material volumétrico que sea crítico en la obtención del resultado debe ser objeto de verificación.
23/08/2022	300-03-10-23-2203	08	En el ítem 4 y 5 se especifica la cantidad del material volumétrico que se debe escoger por lote para su verificación de acuerdo a su volumen nominal y clase.
31/12/2024	300-03-10-23-2200	09	Se establece en el ítem 7 la verificación intermedia del espectrómetro.
09/07/2025	100-03-10-23-1338	10	Se actualizó el documento con base a las normativas vigentes, donde se establecieron criterios estadísticos de mayor rigor, se anexó la verificaciones intermedias de termómetros y cronómetros.

Última línea-------última línea------última línea