

## 1. OBJETIVO

Establecer los lineamientos y la periodicidad de las actividades de calificación, mantenimiento (preventivo/correctivo), calibración y verificaciones intermedias de todos los equipos que pueden influir en los resultados, para garantizar el correcto desempeño de las actividades de laboratorio de Calidad Ambiental, de acuerdo con los requisitos establecidos en la Norma NTC/ISO/IEC 17025:2017 “Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración”. Se incluyen en este documento los lineamientos generales relacionados con la manipulación, transporte, manipulación y uso de los equipos que se encuentran dentro y fuera del control permanente del Laboratorio (equipos de campo), así como los criterios para declarar la restricción de uso o para liberar el equipo a uso nuevamente en las actividades de laboratorio.

## 2. ALCANCE

El instructivo abarca desde la adquisición del equipo bajo los lineamientos definidos para cubrir la necesidad metrológica del Laboratorio, hasta la administración de registro de la hoja de vida del equipo, con evidencias de uso, mantenimiento, calibración y/o verificación, validación de software, control de firmware, registro de trabajo no conforme, cuando aplica.

## 3. DEFINICIONES

En el presente procedimiento se aplican las definiciones de la norma NTC ISO/IEC 17000:2005 y de la Norma GTC-ISO/IEC 99: 2009.

- **Ajuste:** conjunto de operaciones realizadas sobre un sistema de medida para que proporcione indicaciones prescritas, correspondientes a valores dados de la magnitud a medir.
- **Calibración:** operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medición, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medición a partir de una indicación. A destacar: – Interno / Externo. Resultado: Certificado Calibración. Componentes: Tolerancia, Incertidumbre y Corrección.
- **Calificación:** la calificación de un sistema de medida es la evidencia documentada que satisface los requisitos especificados por el fabricante y el uso previsto en el laboratorio según el método empleado.
- **Condición de repetibilidad de una medición:** condición de medición, dentro de un conjunto de condiciones que incluye el mismo procedimiento de medición, los mismos operadores, el mismo sistema de medición, las mismas condiciones de operación y el mismo lugar, así como mediciones repetidas del mismo objeto o de un objeto similar en un periodo corto de tiempo.
- **Condición de reproducibilidad de una medición:** condición de medición, dentro de un conjunto de condiciones que incluye diferentes lugares, operadores, sistemas de medición y mediciones repetidas de los mismos objetos u objetos similares.
- **Control metrológico de equipos:** el aseguramiento metrológico de un instrumento de medición es el conjunto de operaciones necesarias para asegurar que cumple con la capacidad de medición requerida para su correcto funcionamiento.
- **Error:** diferencia entre el valor medido de una magnitud y un valor de referencia.
- **Exactitud de la medición:** proximidad del acuerdo entre un valor medido y un valor verdadero de un mensurando.

- **Instrumento de medición:** dispositivo(s) destinado(s) a ser utilizado(s) para hacer mediciones sólo o en conjunto con dispositivos complementarios.
- **Incertidumbre instrumental:** componente de la incertidumbre de medida que procede del instrumento o sistema de medida utilizado.
- **Incertidumbre de medida:** parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a la magnitud que desea medir, a partir de la información que se utiliza.
- **Mantenimiento:** conjunto de actividades necesarias para asegurar en correcto funcionamiento de los equipos, puede ser correctivo/preventivo e Interno/Externo. Habitualmente incluye la verificación periódica.
- **Metrología:** aspectos teóricos y prácticas de las mediciones, cualesquiera que sean su incertidumbre de medida y su campo de aplicación.
- **Patrón de medición:** medida materializada, instrumento de medición, material de referencia o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud que sirva como referencia.
- **Precisión de medición:** proximidad del acuerdo entre las indicaciones o los valores medidos obtenidos en mediciones repetidas de un mismo objeto, o de objetos similares, bajo condiciones especificadas.
- **Transporte:** medio de traslado de personas o bienes de un lugar a otro. El transporte incluye toda la infraestructura y medios implicados en el movimiento, así como los servicios de recepción, entrega y manipulación de tales bienes.
- **Trazabilidad metrológica:** propiedad de un resultado de medición por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medición.
- **Verificación:** suministro de evidencia objetiva de que un ítem satisface los requisitos especificados. A destacar: control preventivo. Revisión de la calibración. Definición criterios aceptación / rechazo.
- **Verificación intermedia:** conjunto de operaciones que es utilizado para comprobar si las indicaciones, bajo condiciones específicas, corresponden con un conjunto dado de mensurandos conocidos dentro de los límites de un diagrama de calibración predeterminado.

#### 4. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Revisar el Manual E-SGI-ST-M001 Sistema de gestión de seguridad y salud en el trabajo y las hojas de seguridad de los reactivos.

Utilizar los implementos de seguridad: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad y tapaboca.

#### 5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

Los definidos en el desarrollo de actividades de este instructivo.

#### 6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

No aplica.

##### 6.1. Condiciones ambientales

No aplica.

#### 7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

No aplica.

**8. DESARROLLO**

El proceso de metrología basado en el sistema de gestión de Laboratorio de Calidad Ambiental, asegura la satisfacción de los requisitos metrológicos especificados para casa equipo de medición. La información obtenida de dicho proceso es importante para estimar la incertidumbre asociada a equipos y al método de ensayo.

Los equipos a tener en cuenta están registrados en el Cronograma M-S-LC-F040. Se consideran los equipos destinados para la ejecución de muestreo y análisis de laboratorio. De acuerdo con las recomendaciones del fabricante y los requisitos exigidos por el método estándar de referencia, se elige el plan de mantenimientos, calibraciones y verificaciones intermedias para cada equipo. Todos los equipos están ubicados en el Laboratorio de Calidad Ambiental del IDEAM, en las áreas donde se llevan a cabo los ensayos analíticos específicos.

**8.1. Codificación e identificación de equipos**

La identificación de los equipos de Laboratorio de Calidad Ambiental comprende:

- Número de inventario IDEAM: es el número de identificación interno único para cada equipo.
- Adhesivo de los servicios de mantenimiento y metrología indicando la siguiente Información: nombre de la empresa que realizó el servicio, consecutivo de servicio y fecha de servicio.

Cuando un equipo de laboratorio se encuentre fuera de servicio, debe identificarse mediante una etiqueta que indique equipo fuera de servicio y la respectiva fecha, además debe ser retirado de servicio. Aquellos que:

- Equipo NO conforme.
- Hayan sufrido daño.
- Sobrecargado o mal manejado.
- Muestra falla en su funcionamiento.
- Su funcionamiento da lugar a duda.
- Haya excedido el intervalo de confirmación o supere el rango de tolerancia
- Su sello de integridad haya sido violentado.
- Certificado de calibración vencido
- No cumple con la verificación intermedia.

		<b>IDENTIFICACIÓN EQUIPOS FUERA DE SERVICIO</b>		Código: M-S-LC-F071	
				Versión: 01	
				Fecha: 10/07/2018	
				Página: 1 de 1	
No. INVENTARIO		FECHA			
MARCA		MODELO			
SERIE		CAUSA			
INFORME		No Funciona			
Reporte N°		Instalación			
Proveedor Servicio		Cambio			
Responsable		Reemplazo			
Observaciones					

Cualquier equipo o instrumento que esté fuera del control directo del laboratorio, se debe verificar antes de volver a entrar en servicio dentro del laboratorio, y debe quedar registrado en el Cronograma M-S-LC-F040.

Los equipos que hayan demostrado un desempeño defectuoso o que hayan sobrepasado su tiempo de vida útil se retiran de uso, se almacenan protegidos del polvo y de condiciones adversas. Cuando se decide que el equipo ya cumplió con su vida útil y no se va a reparar, se realiza el reintegro al almacén general del IDEAM.

## 8.2. Hoja de vida de equipos

El Laboratorio de Calidad Ambiental cuenta con el formato M-S-LC-F010 hoja de vida de equipos donde se realizan los registros de los equipos de medición y ensayo (incluyendo accesorios, manuales, y software).

Cada equipo debe incluir la siguiente información en su respectiva hoja de vida del equipo, como lo indica el formato:

- Nombre del equipo.
- Marca.
- País de origen.
- Modelo.
- Serial.
- Clase de equipo: principal o complementario.
- Número de inventario.
- Fecha de instalación en el Laboratorio (dd/mm/aaaa).
- Proveedor.
- Dirección.
- Teléfono.
- Responsable de instalación.
- Garantía (Fecha de vencimiento (dd/mm/aaaa)).
- Ubicación en el Laboratorio.
- Línea de voltaje (vatios).
- Trazabilidad metrológica

La carpeta también debe contener las Instrucciones del fabricante, manual de operación, software, CD o instructivo de uso, Informes, o reportes de mantenimientos preventivos, correctivos y estado de funcionamiento. El proveedor de los equipos de medición deberá suministrar los manuales de mantenimiento y operación

La persona encargada del Sistema de Gestión de Calidad del Laboratorio mantiene actualizadas y archivadas las hojas de vida los equipos del laboratorio.

## 8.3. Adquisición e instalación de equipos

Las especificaciones deberán registrarse en los términos de referencia para el proceso de contratación y de suministro de los equipos. Para los dispositivos y equipos de medición debe asegurarse que los errores establecidos por el fabricante sean acordes con el nivel de tolerancia en los procesos de medición y que no tengan un impacto significativo en la incertidumbre del método. Los términos de referencia deben incluir la solicitud de calificación operacional inicial (Véase numeral 8.6) la cual debe incluir la instalación, calibración y capacitación del personal.

El Laboratorio de Calidad Ambiental identifica las especificaciones de equipos y aparatos de medición y patrones de referencia, de acuerdo con las necesidades de funcionamiento, ampliación del tipo de servicios o de renovación de equipos de medición. También se deben tener en cuenta las condiciones que requiere el equipo para poder instalarlo en el laboratorio y si es necesario solicitar obra civil, acondicionamiento del área de trabajo para la instalación del equipo.

#### **8.4. Manejo y transporte de equipos**

Para controlar la manipulación adecuada, los equipos deben ser operados solo por personal autorizado y capacitado de acuerdo con el Formato de Autorizaciones M-S-LC-F053 del analista. El uso diario de cada equipo debe ser registrado por el analista en el formato M-S-LC-F007 Control diario del manejo de equipos. En el campo de observaciones se deben registrar las anomalías o comportamientos atípicos que se presenten durante su uso rutinario.

Los equipos de análisis permanecen salvaguardados de condiciones ambientales desfavorables que puedan invalidar sus resultados y son operados solamente por personal capacitado, el acceso a la sección instrumental es restringido a personal no autorizado.

La entrada y salida de equipos es autorizada por el Coordinador del Laboratorio de Calidad Ambiental y se debe registrar en el formato A-AR-F003, antes de que el equipo sea trasladado o reinstalado se debe verificar con estándares o patrones de referencia y se debe realizar la respectiva anotación en el campo de observaciones del formato de control diario de manejo de equipos, M-S-LC-F007. Para el transporte se deben embalar de forma tal que se garantice la integridad del instrumento.

Para el traslado de equipos robustos (como cromatógrafos, ICP, Analizador de mercurio, etc.) se debe realizar la contratación de una empresa que se haga responsable del traslado y garantice que los equipos sean instalados y calificados por el representante de la marca del equipo en Colombia. Los equipos que no se encuentren en el laboratorio deberán ser retirados del Cronograma M-S-LC-F040.

#### **8.5. Instructivos de uso**

Cada equipo del Laboratorio de Calidad Ambiental cuenta con un Instructivo de uso de equipos identificado con un código correspondiente para cada equipo. Los instructivos de uso se elaboran a partir de una plantilla aplicable a todos los equipos del laboratorio; en esta se consigna la información básica necesaria para el uso adecuado del equipo, además de precauciones y consideraciones a tener en cuenta para evitar posibles accidentes o daños. Los instructivos se realizan con base en los manuales de fábrica y deben ser actualizados cada vez que sea necesario.

Cuando el laboratorio adquiera un equipo nuevo, antes de colocarlo en funcionamiento se debe elaborar su instructivo siguiendo la plantilla establecida, esto con el fin de evitar daños en el mismo y mantener actualizada la información en el laboratorio.

#### **8.6. Calificación operacional**

La calificación operacional de los dispositivos de medición se realiza cuando se instala o se reinstala un equipo con el fin de comprobar que el instrumento satisface los requisitos especificados por el fabricante y es apto para el uso establecido.

El usuario del equipo de medición o su suplente deberá participar en la verificación del cumplimiento de las actividades de calificación operacional. El informe de servicio técnico es recibido por el Líder Técnico y deberá indicar claramente las actividades realizadas para lograr la conformidad del equipo, las cuales deben ser informadas por el proveedor al usuario.

Una vez realizada la calificación operacional, la persona encargada del Sistema de Gestión de Calidad realiza la identificación, codificación y autorización de ingreso del equipo al Cronograma M-S-LC-F040.

#### **8.7. Mantenimiento, calibración y verificación de equipos**

Cada año se planea el mantenimiento y calibración de equipos de acuerdo con las siguientes circunstancias:

- Identificación de trabajo no conforme.
- Observaciones de desempeño inapropiado del equipo por parte del usuario.

- Incumplimiento de los límites establecidos para los patrones en las cartas de control y verificaciones intermedias.
- Recomendaciones del fabricante.
- Frecuencia de uso del equipo.

El procedimiento para la contratación de los servicios de mantenimiento o calibración se describe en el documento M-S-LC-I037 Instructivo Compras. Para asegurar la trazabilidad de la medición, el Laboratorio de Calidad Ambiental contrata los servicios de calibración de instrumentos de medición de temperatura, humedad, masa y volumen, entre otros. Dicha calibración deberá ser realizada por laboratorios acreditados en la norma ISO/IEC/IEC 17025. Cuando no existe en el país un laboratorio acreditado para la magnitud requerida, se puede trabajar con un proveedor competente que asegure la trazabilidad de las mediciones y preferiblemente que lo realice con el representante de la casa matriz del equipo.

Después de cada operación de mantenimiento o calibración se somete el equipo a verificación de desempeño por parte del usuario; esta consiste en el análisis de un estándar o patrón de referencia, en lo posible que sea el utilizado para la carta control del método. Como resultado de la calibración o mantenimiento, el Líder Técnico debe recibir un certificado o documento soporte.

El Líder Técnico es responsable de actualizar el Cronograma M-S-LC-F040, a través de los cuales se planeará y controlará las actividades de calibraciones, verificaciones y mantenimientos. Las verificaciones intermedias serán realizadas por el analista asignado para esta actividad, con el fin de verificar que el instrumento mantiene una incertidumbre menor al error máximo permitido especificado por el fabricante, si el equipo no cumple con dicho criterio debe ser recalibrado o quedar fuera de servicio.

El encargado del Sistema de Gestión de Calidad realiza el seguimiento a las actividades de mantenimiento, calificación, calibración y verificación de equipos de medición recibiendo la documentación correspondiente.

#### **8.7.1. Mantenimiento de equipos**

Se realizará a los equipos que se consideran en el Cronograma M-S-LC-F040. El mantenimiento preventivo se realizará anualmente según las fechas estipuladas en formato descrito anteriormente; en caso de ser necesario un mantenimiento correctivo se debe realizar a la mayor brevedad, mientras tanto el equipo debe ser etiquetado con el rótulo M-S-LC-F071 Identificación de equipo fuera de servicio. En todos los casos el proveedor del servicio deberá entregar al Líder Técnico un reporte por cada equipo que debe contener la siguiente información:

- Nombre de la compañía
- Fecha de la visita
- Persona encargada del equipo o de la atención
- Motivo de la visita
- Equipo (incluye número de inventario, marca, modelo, serie)
- Descripción del servicio
- Diagnóstico
- Recomendaciones
- Acciones correctivas (si aplica)
- Consumibles
- Comentarios del estado en el queda el equipo
- Anexos (si aplica) como resultados de las pruebas de diagnóstico de desempeño del equipo.

El funcionario encargado del equipo o su suplente debe verificar que el proveedor del servicio coloque al equipo la etiqueta que contenga la fecha de mantenimiento y quien lo realiza, se debe dejar únicamente la etiqueta vigente que demuestra el estado actual del equipo.

El Líder Técnico es responsable de la revisión del certificado entregado por el proveedor, se debe verificar que la información sea correcta. El certificado se debe firmar o llevar algún visto por la parte de atrás, como evidencia de que fue revisado. Así mismo, el Líder Técnico debe asegurarse de que las acciones correctivas y recomendaciones dadas por el proveedor del mantenimiento, sean divulgadas al personal autorizado que utilice el equipo.

Una copia del reporte deberá ser archivada en la hoja de vida del equipo y otra al encargado de compras para anexar al certificado de interventoría.

### **8.7.2. Calibración de equipos**

La calibración se realizará a los equipos que se consideran en el Cronograma M-S-LC-F040 y deberá ser realizada por laboratorios acreditados en la norma ISO/IEC 17025; cuando no existe en el país un laboratorio acreditado para la magnitud requerida, se puede trabajar con un proveedor competente que asegure la trazabilidad de las mediciones. Por cada equipo calibrado el proveedor del servicio deberá entregar un certificado de calibración que cumpla con los requisitos del numeral 7.8.2 de la norma NTC-ISO/IEC/IEC 17025:2017.

La incertidumbre expandida declarada en el certificado de calibración debe ser evaluada y registrada en el Cronograma M-S-LC-F040; ésta debe ser menor o igual a un tercio de la tolerancia o máximo error permitido del equipo. Si el equipo no cumple con este criterio, debe ser etiquetado como “equipo fuera de servicio” y la dirección del Laboratorio decide si es dado de baja o se envía nuevamente a calibración. Las correcciones derivadas de la calibración deben ser divulgadas al personal de laboratorio y actualizadas en las hojas de cálculo de los métodos en los que se aplique.

El funcionario encargado del equipo o su suplente debe verificar que el proveedor del servicio coloque al equipo la etiqueta que contenga la fecha de calibración y quien lo realiza, se debe dejar únicamente la etiqueta vigente que demuestra el estado actual del equipo. Al igual que los certificados de mantenimiento, los certificados de calibración deben ser anexados a la hoja de vida del equipo.

### **8.7.3. Verificaciones intermedias**

Se realizará a los equipos que se consideran en el Cronograma M-S-LC-F040. Particularmente se realizan verificaciones intermedias para calibración gravimétrica, termométrica y volumétrica por ser claves en la generación de resultados confiables. Para las balanzas se realizan dos tipos de verificaciones, una diaria y periódica que incluye verificación de repetibilidad, excentricidad, exactitud. Las verificaciones termométricas y volumétricas se realizan una vez al año o cuando la dirección del Laboratorio determine que es necesario, los resultados deben registrarse en los formatos correspondientes.

A diferencia de las calibraciones, las verificaciones de equipos pueden ser realizadas por personal del laboratorio. El Líder Técnico designará la(s) persona(s) para tal propósito.


El error obtenido durante la verificación debe ser menor o igual a un tercio de la tolerancia o error máximo permitido del equipo; si el equipo no cumple se debe informar inmediatamente mediante al Líder Técnico para implementar las acciones preventivas o correctivas necesarias.

Respecto a los equipos de campo con el control de verificación electrométrica M-S-LC-F009, se llevan cartas de control para evidenciar las verificaciones intermedias.

#### **8.7.3.1. Verificación de balanzas**

##### **Verificación rutinaria**

Las balanzas del Laboratorio con resolución hasta de 0,01 g tendrán verificación diaria a primera hora del día, realizada con las dos (2) cargas pre establecidas en la respectiva carta de control; el analista de turno debe

	<b>INSTRUCTIVO DE ASEGURAMIENTO METROLÓGICO</b>	Código: M-S-LC-I048
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 1 de 29

registrar los datos primarios en el formato Control de balanzas M-S-LC-F-063 y debe comunicar inmediatamente al Líder de Fisicoquímica y/o al Líder Técnico si se presenta una medición repetida sobre las líneas de control o más allá de éstas.

Las cargas a emplear deben ser clase E2 con el respectivo certificado de trazabilidad metrológica.

### Prueba de repetibilidad

Cargar diez (10) veces cada una de las cargas seleccionadas sobre el platillo de la balanza, manteniendo condiciones razonablemente constantes, y a partir de las diez (10) mediciones calcular la desviación estándar para cada carga y comparar con el valor de la desviación estándar registrada en el certificado de calibración. Las cargas seleccionadas serán la denominada "De usuario" y la carga "1/2 de  $C_{m\acute{a}x}$ " referidas en el certificado de calibración de la balanza. Registrar los datos primarios en el formato M-S-LC-F070 y luego de realizados los cálculos, emitir la calificación sobre la balanza.

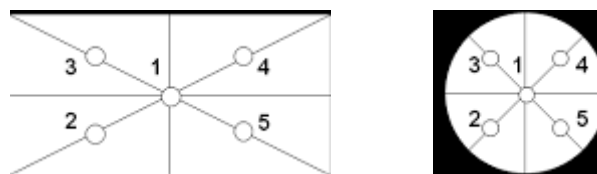
### Prueba de exactitud

Consiste en hacer un barrido desde cargas pequeñas hasta cargas altas y regresando en forma descendente hasta la carga más baja con la que se inició el proceso. De esta manera se evalúa de manera periódica el error calculado entre el valor nominal de la carga y la lectura de la balanza, y se comparan con los parámetros obtenidos en la última calibración de la balanza.

Esta prueba se debe realizar sin dejar que la balanza vuelva a ceros, por lo tanto, es necesario cargar en el platillo la pesa siguiente antes de descargar la anterior. Las pesas que se utilizan para esta prueba son en forma sucesiva: 0,1 g, 1 g, 10 g, 20 g, 50 g y 100 g. Registrar los datos en el formato M-S-LC-F070 y las conclusiones sobre la calificación de la balanza.

### Prueba de excentricidad de carga

Consiste en colocar cada carga en las posiciones mostradas en la Figura 1. De esta manera se evalúa de manera periódica el error calculado entre el valor nominal de la carga y la lectura de la balanza, y se comparan con los parámetros obtenidos en la última calibración de la balanza. La carga a utilizar será la indicada en el último certificado de calibración. Registrar los datos en el formato M-S-LC-F070 y las conclusiones sobre la calificación de la balanza.



**Figura 1.** Orden y ubicación de la pesa para prueba de excentricidad según la forma del platillo.

#### 8.7.3.2. Procedimiento para verificación de temperatura

A través de este procedimiento se dan las pautas para la verificación intermedia de termómetros de vidrio y termómetros digitales del Laboratorio. El propósito es verificar que los instrumentos cumplan con las especificaciones para su uso previsto en el Laboratorio. El error de lectura obtenido con respecto al termómetro patrón no debe superar el error máximo permitido del instrumento evaluado.

Las temperaturas verificadas para cada termómetro deben ser por lo menos las mismas de la calibración.



## Materiales y equipos

- Termómetro patrón o estándar: debe tener calibración vigente. Si es digital, su resolución debe ser mayor o igual a la de los termómetros a verificar; si es graduado, su división de escala debe ser menor o igual a la de los termómetros a verificar.
- Baño de hielo: Dewar con hielo finamente triturado y un poco de agua destilada fría, la suficiente para no recubrir todo el hielo. Debe ser lo suficientemente grande para que permita la inmersión parcial de termómetros de vidrio.
- Baño(s) a temperatura(s) diferente(s) de cero: debe garantizar temperatura constante durante el periodo en el que se realiza la verificación.

## Procedimiento

- i. Verificación de burbujas o separación de la columna de mercurio: En el caso de los termómetros de vidrio antes de ser sometidos al procedimiento de verificación se debe revisar que la columna de mercurio no este fraccionada. Si este es el caso, enfriar el bulbo del termómetro con hielo para intentarla unir; de no ser posible el instrumento no se verifica y queda fuera de servicio.
- ii. Sumergir completamente los termómetros de vidrio en el baño, excepto casos en los que el fabricante recomiende otra forma. A los termómetros digitales solo se les debe sumergir el bulbo.
- iii. 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 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 0,0 °C. Realizar dos lecturas más en el mismo orden y registrar en el formato M-S-LC-F075 Formato Verificación de Termómetros.
- iv. Verificación a temperaturas diferentes de cero: Repetir el procedimiento 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 M-S-LC-F075 Formato Verificación de Termómetros.



**Figura 2.** Ejemplo de montaje para verificar temperatura a punto de hielo.

- v. Evaluar el error obtenido para cada instrumento. Si es mayor al error máximo permitido el analista debe informar al Líder Técnico para que se determinen las acciones correctivas.

### 8.7.3.3. Procedimiento para verificación del material volumétrico

Se debe realizar la verificación de transferpipetas, buretas automáticas y material volumétrico aforado. La verificación consiste en determinar la masa de un líquido de densidad conocida, en este caso agua. La temperatura y la presión atmosférica son variables que tienen incidencia en la densidad del agua es por esto que se realiza una corrección multiplicando la masa por el factor Z.


De acuerdo con el *Estudio de la caracterización climática de Bogotá* publicado por el IDEAM, donde se analizan las variables meteorológicas medidas en Bogotá en un periodo de 30 años, la presión atmosférica en la ciudad es menor a 800 hPa. De acuerdo con lo anterior se asume que la presión atmosférica en el Laboratorio siempre es menor a dicho valor y por tanto el factor Z solo depende de la temperatura medida al momento de la verificación. Ver **Tabla 1**.

**Tabla 1.** Factor de corrección Z para agua destilada a presiones atmosférica cercanas a 800 hPa

Temperatura °C	Factor Z
15,0	1,0017
15,5	1,0018
16,0	1,0019
16,5	1,0020
17,0	1,0021
17,5	1,0022
18,0	1,0022
18,5	1,0023
19,0	1,0024
19,5	1,0025
20,0	1,0026
20,5	1,0027
21,0	1,0028
21,5	1,0030
22,0	1,0031
22,5	1,0032
23,0	1,0033
23,5	1,0034
24,0	1,0035

#### A. Verificación de transferpipetas

El presente procedimiento aplica para la verificación de transferpipeta de un único canal, de pistón e interface de aire y de valor nominal fijo o variable. No aplica para transferpipeta multicanal. De acuerdo con la norma

	<b>INSTRUCTIVO DE ASEGURAMIENTO METROLÓGICO</b>	Código: M-S-LC-I048
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 1 de 29

ISO/IEC 8655-2 se verifican 3 valores del rango del instrumento, el 10 %, el 50 % y el 100 % del valor máximo del rango del instrumento; dichos valores están establecidos en la **Tabla 2**.

### Materiales y equipos

- Balanza analítica con resolución de 0,0001 g.
- Erlenmeyer de 50 mL
- Agua tipo II
- Termómetro de escala no mayor de 0,2°C
- Vidrio reloj pequeño
- Transferpipeta unicanal de pistón, de valor nominal único o variable
- Recipientes auxiliares para el agua.

### Procedimiento

#### i. Preparación previa

- Seleccionar el volumen a verificar en la transferpipeta.
- Llenar la punta con agua y expulse el líquido en los desechos, repita el ciclo 5 veces.
- Colocar un erlenmeyer con un poco de agua en el plato de la balanza. Si el volumen a pesar es menor o igual a 50 µL tapar el erlenmeyer con el vidrio de reloj.

#### ii. Desarrollo de la prueba

- Colocar agua grado reactivo en un recipiente auxiliar para permitir que alcance la temperatura ambiente
- Tarar la balanza a cero.
- Con el termómetro de vidrio medir la temperatura del agua a utilizar durante la verificación.
- Tomar el volumen de agua con la transferpipeta y verificar que no tiene burbujas. Colocar la punta sobre la superficie del erlenmeyer con un ángulo de inclinación de aproximadamente 30° a 45°, y expulsar suavemente el agua.
- Cuando aplique, sacar dentro del erlenmeyer la última gota de la punta de la transferpipeta bajando el embolo hasta el último tope.
- Medir nuevamente la temperatura del agua restante. Calcular el promedio con la temperatura inicial y registrar el resultado en el formato M-S-LC-F074
- Cuando sea necesario desechar parte del agua del erlenmeyer, de forma cuidadosa utilizando guantes, para evitar contaminación.
- Realizar 10 medidas. Registrar las correspondientes masas el formato M-S-LC-F074. Para la expresión final del resultado cuenta realizar la corrección por el factor Z (Ver **Tabla 1**), así:

$$V (\mu L) = (m_i * 1000) * Z$$

Donde Z es un factor que depende de la temperatura y presión atmosférica.

- Evaluar los resultados obtenidos. El promedio más o menos la desviación estándar obtenida de las 10 medidas debe estar dentro del rango del valor nominal más o menos el error máximo establecido para cada volumen como se indica en la **Tabla 2**. Si el instrumento no cumple con este requisito informar al Líder Técnico para tomar las acciones correctivas.

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

Rango de transferpipeta	Valor de volumen a verificar		Error máximo permitido, $\mu\text{L}$
	Límite inferior del rango	No aplica	
100 $\mu\text{L}$	Límite inferior del rango	No aplica	No aplica
	Valor medio	No aplica	No aplica
	Límite superior del rango	100	0,8
500 $\mu\text{L}$	Límite inferior del rango	No aplica	No aplica
	Valor medio	No aplica	No aplica
	Límite superior del rango	500	4
5 - 10 $\mu\text{L}$	Límite inferior del rango	5	0,125
	Valor medio	7	0,125
	Límite superior del rango	10	0,12
10 - 100 $\mu\text{L}$	Límite inferior del rango	10	0,12
	Valor medio	50	0,5
	Límite superior del rango	100	0,8
100 - 1000 $\mu\text{L}$	Límite inferior del rango	100	0,8
	Valor medio	500	4,0
	Límite superior del rango	1000	8,0
500 - 5000 $\mu\text{L}$	Límite inferior del rango	500	4,0
	Valor medio	2500	20
	Límite superior del rango	5000	40
1000 - 10000 $\mu\text{L}$	Límite inferior del rango	1000	8,0
	Valor medio	5000	40
	Límite superior del rango	10000	60

## B. Verificación de buretas automáticas


Al igual que en la verificación de transferpipetas, se verifican 3 valores del rango del instrumento, el 10 %, el 50 % y el 100 % del valor máximo del rango del instrumento.

### Materiales y equipos

- Balanza analítica resolución 0,0001 g para masas menores a 200 g y 0,01 g para masas mayores a 200 g.
- Erlenmeyer
- Agua tipo II
- Termómetro de escala no mayor de 0,2°C
- Bureta automática a verificar
- Recipientes auxiliares para el agua.

### Procedimiento

- Colocar agua grado reactivo en un recipiente auxiliar para permitir que alcance la temperatura ambiente
- Medir la temperatura del agua a utilizar durante la verificación con el termómetro de vidrio.
- Tarar la balanza a cero.
- Colocar la bureta automática junto a la balanza. Encender con el botón ON/OFF y cargar con agua tipo II.
- Colocar un erlenmeyer limpio y seco en la balanza. Con el dispensador de la bureta agregar el volumen de agua correspondiente (10 %, 50 % o 100 % del valor máximo de la bureta) y registrar la masa antes y después de agregar el agua en el formato M-S-LC-F074.
- Cuando sea necesario desechar parte del agua del erlenmeyer de manera cuidadosa utilizando guantes, evitando contaminación.

	<b>INSTRUCTIVO DE ASEGURAMIENTO METROLÓGICO</b>	Código: M-S-LC-I048
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 1 de 29

- Realizar 9 medidas más. Al final medir nuevamente la temperatura del agua restante, calcular el promedio con la temperatura inicial, y registrar el resultado en el formato M-S-LC-F074. Para la expresión final del resultado realizar la corrección por el factor Z (Ver **Tabla 1**), así:

$$V (mL) = (m_f - m_i) * Z$$

Donde Z es un factor que depende de la temperatura y presión atmosférica (800 hPa).

- Evaluar los resultados obtenidos, el promedio más o menos la desviación estándar obtenida de las 10 medidas debe estar dentro del rango del valor nominal más o menos el error máximo establecido para cada instrumento. Si no cumple con este requisito informar al Líder Técnico para tomar las acciones correctivas.

### C. Verificación de material de vidrio

Utilizar vidriería clase A.

La capacidad del material volumétrico se verifica teniendo en cuenta el lote del material. Tomar una muestra aleatoria de tres (3) unidades con una frecuencia semestral por lote. Este corresponde aproximadamente entre el 2 y el 5 % de cada lote para los diferentes tipos de material: balones aforados y pipetas aforadas.

#### Materiales y equipos

- Balanza analítica con resolución de 0,0001 g para masas menores a 200 g y 0,01 g para masas mayores a 200 g.
- Erlenmeyer
- Agua tipo II
- Termómetro de escala no mayor de 0,2°C
- Pipetas aforadas a verificar.
- Balones aforados a verificar.
- Recipientes auxiliares para el agua.

#### Procedimiento

##### i. Pipetas aforadas

- Colocar agua grado reactivo en un recipiente auxiliar para permitir que alcance la temperatura ambiente.
- Con el termómetro de vidrio medir la temperatura del agua a utilizar durante la verificación.
- Tarar la balanza a cero.
- Colocar un erlenmeyer limpio y seco en la balanza, y registrar la masa en el formato M-S-LC-F073.
- Tomar el volumen de agua con la pipeta aforada. Colocar la punta sobre la superficie del erlenmeyer con un ángulo de inclinación de aproximadamente 30° a 45°, expulsar suavemente el agua contenida. Pasados 15 segundos expulsar la última gota. Registrar la masa en el formato M-S-LC-F073.
- Cuando sea necesario desechar parte del agua del erlenmeyer, de forma cuidadosa utilizando guantes, evitando contaminación.
- Realizar 9 medidas más. Al final medir nuevamente la temperatura del agua restante, calcular el promedio con la temperatura inicial y registrar el resultado en el formato M-S-LC-F073. Para la expresión final del resultado realizar la corrección por el factor Z (Ver **Tabla 1**), así:

$$V (mL) = (m_f - m_i) * Z$$

Donde Z es un factor que depende de la temperatura y presión atmosférica (800 kPa).

- Evaluar los resultados obtenidos. El promedio más o menos la desviación estándar obtenida de las 10 medidas debe estar dentro del rango del valor nominal más o menos el error máximo establecido para cada instrumento. Si no cumple con este requisito informar al Líder Técnico para tomar las acciones correctivas.
- ii. Balones aforados
- Colocar agua grado reactivo en un recipiente auxiliar para permitir que alcance la temperatura ambiente
  - Con el termómetro de vidrio medir la temperatura del agua a utilizar durante la verificación.
  - Tarar la balanza a cero.
  - Colocar el balón aforado a verificar (limpio y seco) en la balanza y registrar la masa en el formato M-S-LC-F073.
  - Llenar el balón aforado con agua hasta su trazo nominal, tapar y secar por fuera. Colocarlo en la balanza y registrar el valor de masa obtenido en el formato M-S-LC-F073.
  - Retirar el balón aforado del platillo de la balanza, vaciar su contenido y secarlo completamente antes de la siguiente medida.
  - Realizar 9 medidas más. Al final medir nuevamente la temperatura del agua restante, calcular el promedio con la temperatura inicial, y registrar el resultado en el formato M-S-LC-F073. Para la expresión final del resultado realizar la corrección por el factor Z (Ver **Tabla 1**), así:

$$V (mL) = (m_f - m_i) * Z$$

Donde Z es un factor que depende de la temperatura y presión atmosférica (800 hPa).

- Evaluar los resultados obtenidos, el promedio más o menos la desviación estándar obtenida de las 10 medidas debe estar dentro del rango del valor nominal más o menos el error máximo establecido para cada instrumento. Si no cumple con este requisito informar al Líder Técnico para tomar las acciones correctivas.

### **8.8. Control de las condiciones ambientales**

Para disponer de información de las condiciones ambientales de temperatura y humedad relativa bajo las cuales se realizan los ensayos, se miden la humedad relativa y temperatura de cada área de análisis y almacenamiento de muestras. Los valores son medidos y registrados dos veces al día en el formato de Condiciones ambientales, M-S-LC-F021. La temperatura de los cuartos fríos de almacenamiento de muestras no deben superar 6 °C. Los rangos de humedad y temperatura del Laboratorio se establecerán de acuerdo con el histórico de resultados. La revisión de los registros de seguimiento queda a cargo del Líder Técnico o el Líder Físicoquímico.

### **8.9. Verificación de temperatura de equipos**


El Laboratorio lleva control de la temperatura de equipos críticos como neveras, refrigeradores, hornos e incubadoras. El registro de temperatura de neveras y refrigeradores se realiza diariamente y se registra en el formato Control temperatura de equipos (M-S-LC-F062) en el cual se especifica la temperatura óptima y el rango de temperatura permitido. La verificación de los hornos e incubadoras se realiza antes de cada uso, el resultado se registra en el mismo formato (M-S-LC-F062). La revisión de los registros de seguimiento queda a cargo del Líder Técnico o el Líder Físicoquímico.

### **8.10. Formatos**

Los indicados en cada actividad.

### **8.11. Cálculos y resultados**

Los indicados en cada actividad.

	<b>INSTRUCTIVO DE ASEGURAMIENTO METROLÓGICO</b>	Código: M-S-LC-I048
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 1 de 29

## 9. DIAGRAMA

No aplica.

## 10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

Norma Técnica Colombiana NTC-ISO/IEC/IEC 17025:2017

Norma Técnica Colombiana NTC 2031. Instrumentos de pesaje de funcionamiento no automáticos. Requisitos metrológicos y técnicos. Pruebas.

Norma ISO/IEC 8655-2. Piston-operated volumetric apparatus. Parte 2: Piston pipettes

Norma ISO/IEC 8655-6. Piston-operated volumetric apparatus. Parte 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error.

Norma Técnica Colombiana NTC 2454. Material de vidrio para laboratorio. Material volumétrico de vidrio métodos de uso y medición de la capacidad. 88 – 10 –05.

Norma Técnica Colombiana NTC 2322 Material de vidrio para laboratorio balones volumétricos de un solo trazo. 87-09-16.

Norma GTC-ISO/IEC 99:2009. VIM 2009

Norma Técnica Colombiana NTC ISO IEC 17000:2005

## 11. HISTORIAL DE CAMBIOS

Versión	Fecha	Descripción
01	30/10/2018	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI.
02	13/09/2019	Adecuación del documento a los requisitos de la Norma NTC ISO IEC 17025:2017, relacionados con el equipamiento. Actualizar definiciones con la GTC ISO IEC 99:2009. Sustituir Plan de Metrología y Plan de Mantenimiento de equipos por el CRONOGRAMA. Modificación procedimiento de verificación de balanzas, acorde con los certificados de calibración de balanzas analíticas. Eliminar la prueba de linealidad para balanzas. Incluir el registro de verificación de equipos de campo como evidencias de comprobaciones intermedias. Revisión Diana Fandiño
03	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.

<b>ELABORÓ:</b>  <b>Elizabeth González Mateus</b> <b>Grupo Laboratorio de Calidad</b> <b>Ambiental</b>	<b>REVISÓ:</b>  <b>Carlos Martín Velásquez Martínez</b> <b>Grupo Laboratorio de Calidad</b> <b>Ambiental</b>	<b>APROBÓ:</b>  <b>Nelson Omar Vargas Martínez</b> <b>Subdirector Hidrología</b>
--	--	---