

CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA

ÁREA DE METROLOGÍA DE MATERIALES



**PUBLICACIÓN TÉCNICA
CNM-MRD-PT-008**

**MANUAL DE BUENAS
PRACTICAS DE
LABORATORIO.**

**María del Rocío Arvizu Torres.
María Genoveva Moreno Ramírez
Norma González Rojano**

**Los Cués, Qro. México
Octubre del 2007
3ª Edición**

ÍNDICE

PREFACIO	5
INTRODUCCIÓN	6
1. EL LABORATORIO	7
1.1 Parámetros Ambientales	7
1.2 Consideraciones de seguridad	10
1.3 Sugerencias Generales	11
1.4 Campanas de Extracción	11
2. MUESTREO	12
2.1 Definiciones	12
2.2 Identificación del Lote	12
2.3 Homogeneidad del Lote	13
2.4 Número de muestras a ser tomadas	14
2.5 Plan o procedimiento de Muestreo	15
2.6 Métodos de selección de muestras	15
2.7 Método de recolección de muestras y preparación	16
2.8 Submuestreo o preparación de la muestra	17
2.9 Recipientes, recepción y conservación en el muestreo	17
2.9.1 Recipientes	17
2.9.2 Recepción y registro	18
2.9.3 Conservación	18
2.10 Seguridad en el muestreo	19
2.10.1 Disposición final de las muestras	19
3. AGUA	19
4. MATERIAL DE VIDRIO	23
4.1 Clasificación del material de vidrio	23
4.2 Consideraciones generales de uso de material de vidrio	24
4.3 Consideraciones generales de uso en el material a utilizar en determinaciones de compuestos o elementos inorgánicos	25
4.4 Limpieza	26
4.4.1 Limpieza general de material a utilizar en determinaciones analíticas de compuestos orgánicos	26
4.4.2 Limpieza con mezcla de peroxidisulfato de amonio	27
4.4.3 Limpieza con mezcla sulfonítrica	27
4.4.4 Limpieza con solventes orgánicos	28

4.4.5	Proceso de limpieza del material a utilizarse en determinaciones analíticas inorgánicas.....	28
4.5	Secado del material de vidrio.....	29
4.6	Cuidados del material de vidrio esmerilado.....	30
4.7	Uso y manejo del material de vidrio volumétrico.....	31
4.7.1	Lectura del menisco.....	31
4.7.2	Pipetas volumétricas.....	32
4.7.3	Pipetas graduadas.....	33
4.7.4	Matraces volumétricos.....	34
4.7.5	Probetas.....	36
4.7.6	Buretas.....	37
4.8	Verificación del material volumétrico.....	38
4.8.1	Buretas.....	39
4.8.2	Pipetas.....	40
4.8.3	Matraces volumétricos.....	41
5.	MATERIALES DE REFERENCIA (MR)	44
5.1	Diversas clasificaciones de MRC.....	45
5.2	Trazabilidad al Sistema Internacional de Unidades.....	46
5.3	Uso de los Materiales de Referencia.....	49
5.4	Consideraciones para seleccionar un material de referencia.....	50
5.5	Control de los MR.....	51
6.	BALANZAS	52
6.1	Aspectos Generales.....	52
6.2	Determinación del tiempo de estabilización.....	53
6.3	Verificación cotidiana de la balanza.....	54
6.4	Tipos de Pesada.....	55
6.4.1	Pesado directo.....	55
6.4.2	Pesado por agregado.....	55
6.4.3	Pesado por diferencia.....	56
6.5	Pesado de muestras líquidas.....	56
6.6	Calibración.....	56
6.6.1	Cuidados generales en el uso de las pesas patrón.....	57
7.	TERMÓMETROS	57
7.1	Calibración de termómetros.....	58
7.2	Cuidados en el manejo de los termómetros de mercurio.....	58
8.1	Calibración de medidores de pH.....	59
8.2	Medidores de conductividad electrolítica.....	60
9.	PREPARACIÓN DE MUESTRA	61

9.1 Factores que afectan la preparación de una muestra y sus cuidados.....	61
9.2 Filtración.....	63
9.2.1 Filtración por gravedad.....	63
9.2.2 Filtración al vacío.....	64
9.3 Estufa y Mufla.....	64
9.4 Separación de fases.....	65
10. MÉTODOS CLÁSICOS DE ANÁLISIS.....	66
10.1 Gravimetría.....	67
10.1.1 Tipo de crisoles.....	68
10.1.2 Papel filtro.....	69
10.2 Volumetría.....	69
11. TÉCNICAS ANALÍTICAS INSTRUMENTALES.....	70
11.1 Clasificación del equipo.....	70
11.1.1 Equipo de servicio general	71
11.1.2 Equipo volumétrico e instrumentos de medición.....	71
11.1.3 Patrones de medición física (masas, termómetros de referencia).....	72
11.1.4 Computadoras y procesadores de datos.....	72
11.2 Verificación y mantenimiento preventivo.....	73
11.2.1 Verificación de desempeño de un instrumento de medición.....	74
11.3 Calibración.....	75
11.4 Configuración metrológica y calificación de equipo.....	76
11.4.1 Confirmación metrológica.....	76
11.4.2 Calificación de equipos.....	77
11.5 Cromatógrafo de líquidos de alta resolución.....	77
11.6 Cromatógrafo de gases.....	79
11.7 Índice de refracción.....	80
11.8 Espectrometría de infrarrojo.....	81
11.9 Espectrometría de absorción ultravioleta/visible.....	81
11.10 Espectroscopía de absorción atómica.....	82
11.10.1 Horno de grafito.....	85
11.10.2 Recomendaciones durante el uso del horno de grafito.....	85
12. CONTROL Y MANEJO DE REGISTROS.....	86
12.1 Generalidades.....	86
12.2 Manejo de registros.....	86
12.3 Bitácoras.....	87
12.4 Manejo y registro de reactivos.....	88

12.5 Disoluciones reactivas.....	88
12.6 Solventes.....	89
13. BIBLIOGRAFÍA.....	90
ANEXOS	
Anexo 1	
-Preparación de la mezcla de peroxidisulfato de amonio.....	92
-Tablas de factores z de corrección para la verificación de material de vidrio volumétrico.....	93
-Límites de error en la capacidad de entrega de pipetas volumétricas.....	95
-Clasificación de grupos de masas.....	96
Anexo 2	
-Muestreo de aguas residuales.....	97
Anexo 3	
-Seguridad en el laboratorio.....	99
Anexo 4	
-Concepto de masa y peso.....	102

PREFACIO

Debido a la constante revisión que debe existir para el desarrollo de la Buenas Prácticas de Laboratorio y gracias a la constante participación del personal de la Dirección de Metrología de Materiales a través de sus comentarios y experiencias profesionales, se ha realizado la cuarta edición de este documento.

La recopilación y revisión de la información, para esta edición, estuvo a cargo de Ma. Genoveva Moreno Ramírez, Maria del Rocío Arvizu Torres y Norma González Rojano. En esta edición también se incluyen algunas aportaciones del siguiente personal, Esther Castro Galván, Judith Sainz Uribe, Ana María Lora Sánchez, J. Velina Lara Manzano, Estela Ramírez Maldonado, Martha E. Pedrero Izquierdo, Marcela Monroy Mendoza, Adrián Reyes del Valle, Angel Gutiérrez Hernández y Mónica Sánchez Gómez.

Agradecemos especialmente a todos los lectores que han adquirido las ediciones anteriores de esta publicación por todos los comentarios y sugerencias hechas a este documento; el cual, como el anterior, queda abierto nuevamente a los comentarios o sugerencias que deseen hacer, con el fin de mejorarlo, en beneficio de quien tenga a bien el uso de las **Buenas Prácticas de Laboratorio**.

INTRODUCCIÓN

Las Buenas Prácticas de Laboratorio (BPL) cubren aspectos sencillos del trabajo diario en el laboratorio. Estas deben documentarse y habilitarse formalmente ya que los resultados de las mediciones analíticas, en múltiples ocasiones son determinantes en normas de salud, medio ambiente o en cuestiones industriales. El contenido de las BPL debe ser elaborado por el propio personal y esta información deberá ser especificada y detallada en las operaciones críticas y optimizarlas. Un comité interdisciplinario puede identificar las operaciones críticas que afecten en un gran porcentaje si no es que en el total, el trabajo hecho en el laboratorio y de los documentos de las BPL. Es importante señalar que las BPL deben examinarse periódicamente para mantener su credibilidad.

Este documento resume una serie de recomendaciones para que sean consideradas como apoyo en el desarrollo del plan de Buenas Prácticas de Laboratorio. Existe bibliografía especializada para cada una de las áreas de las mediciones analíticas y su desarrollo depende principalmente de las habilidades y de la experiencia de los analistas.

1. EL LABORATORIO

1.1 PARÁMETROS AMBIENTALES

Uno de los factores más importantes en un sistema analítico que afecta directamente a las mediciones y como consecuencia a los resultados, son las instalaciones físicas disponibles en el laboratorio. Se tienen involucrados dos principios generales, un medio ambiente apropiado para la operación óptima del equipo e instrumentos y el medio ambiente apropiado para el desempeño óptimo de los empleados.

Dentro de los factores de medio ambiente para la operación óptima de los equipos e instrumentos de laboratorio, que deben considerarse son los siguientes:

a) Temperatura

- El laboratorio requiere de condiciones estables de temperatura para que los instrumentos del laboratorio funcionen de manera adecuada y las mediciones analíticas que en el laboratorio se realicen no sean afectadas. Es importante consultar los manuales de operación de los instrumentos, para verificar las condiciones de temperatura sugeridas por el fabricante de cada instrumento de medición, para su óptimo funcionamiento. .
- Usualmente un control de temperatura dentro de un intervalo de ± 3 °C es normal, el control de temperatura de ± 1 °C es común en laboratorios en los que se realizan mediciones químicas de alta exactitud, algunas veces aplicadas a fracciones de masa a niveles de trazas ($\mu\text{g}/\text{kg}$). Las fluctuaciones de la temperatura generalmente afectan a algunos instrumentos analíticos y existen casos donde afectan a las muestras durante su proceso de preparación.
- Es más fácil controlar la estabilidad de la temperatura cuando los laboratorios estén localizados físicamente en el centro del edificio, ya que las zonas que se encuentran en contacto con las paredes externas del edificio pueden cambiar drásticamente la temperatura en un tiempo corto.
- Debido a que ciertos tipos de instrumentación tales como por ejemplo, el espectrofotómetro de Absorción Atómica de Flama o con Horno de Grafito pueden llegar a emanar calor en grandes cantidades dentro del laboratorio, es importante que al diseñar el aire acondicionado se considere la presencia de estos, para compensar las variaciones de temperatura.
- Las ventanas y aire fresco afectan el control de temperatura, por lo que no son convenientes en el diseño del laboratorio. Las puertas que se abren en corredores que no tienen aire acondicionado o temperatura controlada no son recomendables cuando hay instrumentos que requieren un estricto control de temperatura, por lo que el contar con aire acondicionado con un control estricto de temperatura, será necesario para poder lograr la estabilidad de los instrumentos.

b) Humedad

- Los niveles altos de humedad relativa afectan la óptica de ciertos equipos. Cuando se conjunta la presencia de vapores corrosivos y humedad relativa alta se acelera la corrosión de la electrónica sensible de los equipos, así mismo, algunas sustancias higroscópicas absorberán la humedad del medio fácilmente cuando los niveles de humedad sean altos.
- Los niveles bajos de humedad relativa en el laboratorio producirá cargas estáticas, las cuales son nocivas para el equipo electrónico.
- Niveles de humedad relativa bajos hacen difícil el manejo de algunos solventes y muestras sólidas ya que éstos adquieren carga estática.
- Usualmente se recomiendan en la mayoría de los manuales de operación de los instrumentos mantener en el laboratorio un intervalo de 40 a 60 % de humedad relativa, (H). Es conveniente consultar el manual del instrumento instalado en el laboratorio, para verificar las condiciones de humedad relativa recomendada para el óptimo funcionamiento del instrumento.

c) Servicio Eléctrico

- El servicio eléctrico en México es de 127 V AC a 60 Hz, con un circuito de corriente de 15 A. Para el laboratorio el servicio es comúnmente a 127 y 220 V y los requisitos de corriente son mucho mayores, de 20 a 30 A.
- Algunos instrumentos necesitarán circuitos exclusivos para éstos, por ejemplo, un horno grande requiere 50 A y 220 V, por lo que es importante antes de adquirir el instrumento, consultar al proveedor para conocer las condiciones adecuadas de instalación eléctrica ó en el caso que ya se tenga el equipo, consultar el manual de instalación/operación, para verificar que las condiciones de instalación eléctrica sean las adecuadas.
- Los laboratorios requieren de circuitos múltiples para prevenir interacciones entre circuitos.
- Los instrumentos modernos son mucho más sensibles a la presencia de interferencias en la línea AC (corriente alterna), por lo cual para este tipo de instrumentos se recomienda el uso de varios supresores de ruido en la fuente; (por ejemplo instrumentos de radio frecuencias) y de ser necesario otro tipo de supresores de ruidos o suplementarios de emergencia particularmente para instrumentos sensibles. Un ejemplo de este tipo de equipos serían instrumentos tales como ICP-AES (Espectrómetro de Emisión Atómica con Plasma Acoplado Inductivamente), este equipo genera grandes cantidades de radio frecuencias u otro ruido eléctrico que es transmitido a través de líneas eléctricas que puede afectar otros equipos conectados bajo la misma línea.

-
- Los equipos electrónicos necesitan una tierra física verdadera para su estabilidad, por lo que es recomendable el verificar que la tierra física de los equipos se encuentre funcionando correctamente de acuerdo a lo que marca el manual de operación de dicho instrumento.
 - Se deberán considerar los intervalos de variación de tensión eléctrica permitidos para los diferentes equipos con que cuenta el laboratorio.

d) Calidad del aire

- Las necesidades de ventilación dependerán del tipo de análisis que en él se realicen. Por ejemplo, en el caso de los laboratorios de preparación de muestras se requieren de 20 a 30 cambios de aire/hora para cumplir con las normas de seguridad, esto es debido a que los niveles de vapores tóxicos y residuos producidos en ellos pueden llegar a ser muy altos.
- El reciclar el aire en un laboratorio no es conveniente ya que en él se trabaja con gases especiales, muestras que pueden producir vapores tóxicos, produciéndose contaminantes los cuales no serán eliminados del medio si el aire es reciclado y esto producirá un factor de alto riesgo en éstos.
- En los laboratorios donde se realizan las preparaciones de muestra, tales como una disolución, digestión, extracción, etc.; normalmente se generan vapores químicos, los cuales pueden ser tóxicos, por este motivo estos procesos deben ser realizados en campanas de extracción. Los laboratorios de preparación de muestra deben contener al menos una campana de extracción, que permita extraer los vapores químicos generados como resultado de los procesos involucrados en la preparación de muestras (ver sección 1.4).
- En el caso de aquellos laboratorios que realizan análisis de analitos a niveles de contenidos bajos, es recomendable tomar en cuenta la calidad de aire del laboratorio, sobre todo si el laboratorio está situado en una zona donde los niveles de contaminación por los analitos a nivel de trazas a medir puedan afectar el análisis. Para este caso en particular, se recomienda seleccionar la calidad requerida de aire en el laboratorio, en base a la selección de un sistema de aire acondicionado que nos permita la obtención de una calidad adecuada. A las áreas o laboratorios que mantienen un control de limpieza en el aire se les llaman áreas limpias ó cuartos limpios.

Recientemente la Organización de Normas Internacionales (ISO) ha emitido la Norma ISO 14644-1 Parte 1: Classification of air cleanliness, este documento puede ser consultado para revisar la clasificación de cuartos limpios, con respecto a la calidad de aire requerido en las áreas ó laboratorios para la medición de bajos contenidos de cantidad de sustancia.

1.2 CONSIDERACIONES DE SEGURIDAD

La seguridad es una parte muy importante en los laboratorios analíticos debido a que en ellos el personal que labora se encuentra expuesto a sustancias químicas que pueden afectar de manera leve o severa la salud del personal, en general los laboratorios deberán de contar con el siguiente equipo de seguridad:

- Para propósitos de control de incendio y seguridad, debe haber al menos dos salidas en cada laboratorio o grupo de laboratorios una de éstas no debe emplearse normalmente pero debe estar disponible para salidas rápidas, es recomendable que estas salidas sean opuestas en el laboratorio, de tal modo que el personal tenga la oportunidad de salir por la más cercana.
- El principal equipo de seguridad con el que se debe contar de acuerdo a sus necesidades, se enlista a continuación:

*Señalamientos de seguridad.

*Lava ojos.

*Regadera de emergencia (colocados estratégicamente en el laboratorio).

*Botiquín de primeros auxilios.

*Equipo contra incendios.

*Equipo para manejo de derrames químicos.

*Equipo de protección personal tal como:

Guantes.

Caretas.

Lentes de protección.

Zapatos de seguridad y protectores auditivos.

Batas de laboratorio.

Las regaderas de emergencia y lava ojos deberán ser evaluados regularmente, por lo menos dos veces al mes.

- En los extintores se debe revisar que la carga se encuentre vigente.
- En el botiquín de primeros auxilios se debe cuidar que el contenido sea vigente y esté completo.
- Se recomienda que el laboratorio cuente con un programa de manejo de residuos químicos.

Algunas de las normas oficiales relacionadas con seguridad son:

-NOM-009-STPS-1993," Condiciones de Seguridad e Higiene para el almacenamiento, transporte y manejo de sustancias corrosivas, irritantes y tóxicas en los centros de trabajo".

-NOM-005-STPS-1993, "Condiciones de Seguridad en los centros de trabajo para el almacenamiento, transporte de sustancias inflamables y combustibles".

1.3 SUGERENCIAS GENERALES

- El laboratorio debe tener áreas definidas para los equipos de medición y separar las áreas destinadas al almacenamiento de reactivos, preparación de muestras y análisis, para evitar cualquier posibilidad de contaminación y corrosión de los instrumentos analíticos.
- La limpieza de balanzas, mesas, desecadores y del laboratorio en general es esencial.
- El equipo tal como estufas, refrigeradores, muflas, congeladores y campanas de extracción deben ser verificadas regularmente, deben poseer registros de su mantenimiento tanto preventivo como correctivo y de verificación por parte del usuario, debidamente actualizados.

1.4 CAMPANAS DE EXTRACCIÓN

- Las campanas de extracción deben estar operando dentro del laboratorio siempre que se tengan almacenados ó que se este trabajando en el laboratorio con reactivos o muestras que generen vapores tóxicos que puedan contaminar muestras, corroer partes electrónicas de instrumentos de medición y afectar la salud del analista.
- Deben mantenerse siempre limpias para evitar contaminación de las sustancias que se mantengan en las campanas. A causa de la naturaleza de los reactivos químicos utilizados y de los análisis que se lleven a cabo es imperativo que la superficie de trabajo se mantenga limpia.
- Es necesario que los materiales altamente tóxicos o flamables **siempre** se manejen dentro de las campanas.
- Si se encuentra alguna sustancia química derramada, de origen desconocido en la superficie de trabajo, se debe limpiar como si fuera tóxico, corrosivo y flamable.
- Mantener cerrada la ventana de la campana al nivel especificado por el fabricante cuando no se esté trabajando en ella, de lo contrario la campana no funcionará adecuadamente.

Las campanas de laboratorio deberán ser evaluadas regularmente para asegurar que la extracción de vapores tóxicos sea eficiente y por lo tanto el funcionamiento de las mismas sea el conveniente. Consultar el manual de operación de las campanas de extracción, verificando las condiciones de gasto (flujo) de extracción, en la cual debe estar operando adecuadamente. Algunas campanas especifican una velocidad lineal de gasto de extracción de 0,5 m/s con un intervalo del $\pm 20\%$ (0,1 m/s).

Una estimación rápida para verificar el gasto de extracción de una campana es:

- Medir el área (A_c) de apertura de la ventana de la campana, se debe tomar el área especificada por el fabricante que permita el óptimo funcionamiento de la misma.
- Manteniendo la ventana abierta de la campana, a la altura especificada por el proveedor, medir la velocidad lineal (v_a) del gasto de extracción, en diferentes puntos de la sección transversal de la cara de la ventana abierta, esta medición se debe realizar con un anemómetro, existen diversos equipos comerciales de anemómetros de costo económico que permiten realizar mediciones aproximadas de velocidad de gasto de extracción.
- Con la siguiente ecuación estime el gasto de extracción (q_v):
$$q_v = A_c * v_a$$
- Comparar el valor obtenido de q_v , con lo especificado por el proveedor, es importante que verifique las unidades correspondientes para evitar confusión.

2. MUESTREO

2.1 DEFINICIONES

El muestreo es una etapa crucial puesto que si la muestra analizada no es representativa del total, el análisis, no es exacto y puede producir resultados erróneos.

El muestreo es el proceso que consiste en separar una pequeña porción (muestra) del total, de tal manera que represente el carácter y calidad del total del que se tomó. El muestreo puede involucrar procedimientos muy complejos que con frecuencia incluyen muchas etapas de sub-división antes de que se obtengan los resultados analíticos. Si en cualquiera de estas etapas la muestra no es representativa del total del material, entonces los resultados obtenidos no serán exactos.

El muestreo es una función esencial de la química analítica puesto que la mayoría de los métodos de prueba son destructivos, por lo que el análisis de un lote completo no dejaría nada para utilizarse. Además la mayoría de los métodos de análisis requieren de unos cuantos gramos de muestra y por lo tanto debe aplicarse un proceso de reducción entre el lote original y la prueba de laboratorio.

Por lo tanto la muestra representativa es una porción de un material tomado de un lote y seleccionado de tal manera, que posea las características esenciales del total.

2.2 IDENTIFICACIÓN DEL LOTE

Para productos empacados, un lote se define como una recolección de recipientes primarios o unidades del mismo tamaño, tipo o estilo, los cuales fueron producidos bajo condiciones tan uniformes como fue posible y son diseñados por un código común. En ausencia de un código, se puede formar un lote. El muestrear, como un lote simple, incrementará la variabilidad del

componente de la matriz y por lo tanto el error de muestreo.

Un lote de un material que requiere muestreo consiste de un número de unidades empacadas por ejemplo: tambores, barriles, cajas, etc.; los datos que deben incluirse al identificar el lote son los siguientes:

- Nombre y localización del proveedor.
- Fecha y hora de entrega.
- Cantidad entregada.
- Número del vehículo de transportación.
- Asignar un número o código a cada muestra del lote consecutivo.

2.3 HOMOGENEIDAD DEL LOTE

Al considerar el muestreo de un material sólido que tiene una gran variedad de tamaños de partículas, se debe aclarar que la muestra no será representativa si alguna de estas partículas es excluida del total debido a que son grandes. Contrariamente, si al tomar la muestra se eligen partículas grandes y no el polvo, ésta tampoco será representativa. Una de las características esenciales es el tamaño de partícula. La muestra debe ser de la misma composición que la del material del cual se tomó. Ningún problema surgirá en materiales que son totalmente homogéneos en su composición, como es el caso de líquidos y gases. Sin embargo, en la mayoría de los casos el material no es homogéneo, como en el caso de los sólidos los cuales no se deben considerar homogéneos hasta que hayan sido homogeneizados mediante el uso de la molienda.

En resumen los diferentes estados de la materia, presentan las siguientes características de homogeneidad:

Gases.- Existen pocos problemas de homogeneidad en mezclas de gases, en las que el cilindro almacenado no está sujeto a variaciones de temperatura y presión. Pueden ocurrir muchas dificultades si no se toman ciertas precauciones tales como limpieza de válvulas, grifos y líneas de conexión de cualquier otro gas antes de que pase la muestra. Igualmente se debe tener cuidado que ningún componente gaseoso reaccione con la muestra y con los equipos analíticos.

Líquidos.- En la mayoría de los casos una agitación general o mezclado es suficiente para asegurar la homogeneidad antes del muestreo. Donde existen fases separadas es necesario determinar los volúmenes relativos de cada fase para comparar correctamente la composición de una fase con la otra. Las fases en cualquier caso deben muestrearse individualmente.

Sólidos.- Presentan grandes problemas de homogeneidad. Aunque los materiales que superficialmente aparentan ser homogéneos, pueden tener concentraciones de impurezas y variar en su composición. El procedimiento adoptado para obtener una muestra representativa de un sólido dependerá grandemente del tipo de sólido.

2.4 NÚMERO DE MUESTRAS A SER TOMADAS

El tamaño de la muestra tiene dos significados, uno para el analista y el otro para el estadista. Para el analista el tamaño de la muestra se refiere al volumen o cantidad de muestra y para el estadista el tamaño de la muestra se refiere al número de unidades separadas tomadas de un gran número de unidades (lote). La cantidad de muestra debe tomarse basándose en la reproducibilidad de los requisitos de la prueba para el objetivo deseado, lo cual, lo indica el método analítico. Aún así el método elegido para tomar la muestra es aquél que parece dar la respuesta correcta. La respuesta verdadera, es disponible solo si todo el material (población) se analiza o prueba, lo cual obviamente es una situación imposible. La estadística por lo tanto, juega una parte importante en el diseño de cualquier procedimiento de muestreo.

Ningún procedimiento de muestreo puede ser recomendado sin considerar la experiencia previa en muestras del mismo tipo.

El tamaño de la muestra a ser tomado en un material sólido depende de:

- Variación en el tamaño de la partícula.
- Homogeneidad con respecto al componente a ser determinado.
- Grado de precisión requerida en el resultado analítico.

Las etapas, en el muestreo, están constituidas por:

- Unidad de muestreo.
- Incremento o porción.
- Muestra compuesta.
- Sub-muestra.
- Análisis de la muestra.

A cada una de las unidades o recipientes que van a muestrearse, se le llama unidad de muestreo. La muestra tomada de cada una de estas unidades separadas se llama porción o incrementos y la combinación de porciones o incrementos forman una muestra compuesta. La muestra compuesta es con frecuencia bastante grande para el análisis directo y debe ser dividida para producir una sub-muestra. La sub-muestra proporcionada para el análisis será homogeneizada por el analista antes que el análisis se realice.

El personal del laboratorio generalmente no se involucra en planear la recolección de muestras, sin embargo, se debe consultar a los analistas de vez en cuando e interesarlos en la importancia del tamaño apropiado de la muestra o el uso de conservadores para la muestra y pedir el suministro de recipientes preparados convenientemente.

Cuando ocurre una diferencia significativa en los resultados de laboratorios que han analizado la misma muestra, puede ocurrir un problema serio, involucrando cuestiones de competencia y

credibilidad. Muchas de estas situaciones pueden evitarse, si las muestras proporcionadas al laboratorio representan la composición del lote, para ello se debe tener un plan o procedimiento de muestreo.

2.5 PLAN O PROCEDIMIENTO DE MUESTREO

Las muestras son útiles para el propósito deseado, cuando son tomadas de una manera consistente con técnicas y prácticas de muestreo generalmente reconocidas. Esto requiere de la inspección del lote del muestreo, del uso de equipo de muestreo apropiado para un producto en particular y el tipo de muestra deseada; todas estas condiciones de almacenamiento deberán ser adecuadas para la muestra antes y después del análisis. Todos estos factores, aparte del análisis de costo-beneficio y una revisión de los objetivos del programa y requisitos de normalización, van a ser evaluados y junto con un plan de muestreo firme sirven como una guía para administrar, así como también, para alcanzar calidad en el muestreo por el personal de operación.

Procedimiento de muestreo: Es la sucesión de pasos propuestos en una especificación, que aseguran que la muestra eventualmente tomada para el análisis tendrá las características esenciales de la población. Por lo tanto, el plan de muestreo debe reconocer la necesidad de investigar el grado de homogeneidad del material a granel.

Los factores importantes a considerar cuando se intenta desarrollar un procedimiento de muestreo efectivo se listan a continuación:

- La muestra tomada debe ser representativa de la población.
- La cantidad de muestra debe tomarse con una frecuencia que permita la reproducibilidad de los requisitos de la prueba para el objetivo deseado, como se indica en el método analítico.
- El manejo y el almacenamiento subsecuente de la muestra debe ser el adecuado.

Los parámetros a considerar en un plan de muestreo son:

1. Homogeneidad del lote.
2. Identificación del lote.
3. Número de muestras a tomar.
4. Método de recolección de muestras.
5. Frecuencia de muestreo.
6. Recipientes, conservación y tratamiento subsecuente.
7. Consideraciones de seguridad.

2.6 MÉTODOS DE SELECCIÓN DE MUESTRAS

Muestreo de probabilidad o representativo: Es utilizado cuando se desea una muestra representativa e involucra principios de estadística y probabilidad, es una aproximación de selección aleatoria que tiende a dar a cada unidad, una oportunidad igual de ser seleccionado.

Muestreo de no probabilidad o selectivo: Es utilizado cuando no es posible recolectar una muestra representativa, o no se desea una muestra representativa. El recolector usa su criterio más que consideraciones estadísticas o dinámicas.

Muestreo por aprobación: Se denomina muestreo por sondeo e involucra la aplicación de un plan predeterminado para decidir si un lote de cosas reúne los criterios definidos para su aceptación. El riesgo de aceptar lotes "malos" o lotes "buenos" está establecido junto con uno o más parámetros. Existen dos categorías del muestreo de aprobación:

- a) El muestreo por atributos es en donde la unidad de producto se clasifica como defectuosa o no defectuosa, o se cuenta el número de defectos en la unidad de producto con respecto a un requerimiento dado.
- b) El muestreo por variables es en donde una característica de cantidad específica o una unidad de producto es medida sobre una escala continua y se registra la medición.

2.7 MÉTODO DE RECOLECCIÓN DE MUESTRAS, PREPARACIÓN Y EQUIPO USADO

Se requieren diferentes técnicas dependiendo del estado de la materia de la muestra y se debe tomar en cuenta si el material que va a muestrearse está en reposo o en movimiento. Los recipientes deben estar limpios y contruidos de un material inerte a la sustancia que va a muestrearse.

Hay dos opciones para el submuestreo analítico: preparación de una muestra de laboratorio compuesta o examen de la unidad individual por separado. En una muestra compuesta las unidades individuales o porciones representativas de las unidades se combinan para formar una mezcla uniforme.

Existen dos tipos de muestras:

- a) Muestras simples son aquellas muestras individuales tomadas en un corto período, de forma tal que el tiempo empleado en su extracción sea el transcurrido para obtener el volumen necesario.
- b) Muestras compuestas son aquellas que resultan del mezclado de varias muestras simples. Las ventajas de una muestra compuesta son:
 - Menor tiempo gastado en el análisis.
 - Son muy exactas en el caso en el que la homogeneidad no sea importante.

El muestreo de unidades múltiples es recomendable cuando hay fluctuación de valores entre las unidades individuales o se desea establecer la variabilidad del lote. Un error común es hacer muestras compuestas de varias muestras y después hacer determinaciones repetidas sobre estas muestras.

Uno de los problemas del muestreo compuesto es que las porciones no están disponibles por mucho tiempo para el análisis individual, debemos detectar el problema antes de hacer la muestra compuesta.

2.8 SUBMUESTREO O PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

Las exigencias para una preparación adecuada de las muestras son determinadas por la consistencia y características químicas del analito, de la matriz y por la distribución del analito en la muestra. Los líquidos de una fase generalmente se pueden mezclar, revolver o agitar. Los materiales de partículas secas pueden ser reducidos en volumen por conos o cuarteos o por el uso de un divisor como el tipo rifle. Para desintegrar las muestras existen herramientas y máquinas como molinos, trituradoras y cortadoras.

El principio del muestreo de materiales a granel es elegir un número grande de porciones de una manera sistemática de diferentes partes y combinarlas, posteriormente se utiliza el cuarteo a esta muestra.

Para la reducción adecuada de la muestra existen los siguientes métodos:

a) Método de cono y cuarteo

Éste es el principio del muestreo del material a granel. Se selecciona un gran número de porciones de una manera sistemática de diferentes partes del total y luego se combinan. Esta muestra es molida mecánicamente, si es necesario y llevada a una pila cónica. La parte alta del cono es prensada y dividida en cuartos. Los cuartos opuestos de la pila son removidos y mezclados para formar una pila cónica más pequeña y otra vez dividida en cuartos. Este proceso se repite hasta obtener una muestra de un peso adecuado (200-300 g).

b) Método de rayado

Un rifle es un aparato mecánico que sirve para dividir una muestra en dos porciones iguales aproximadamente. La distancia entre los canales puede variar y debe ser ligeramente mayor que el tamaño de la partícula más grande del lote. El material es introducido en la parte alta de la caja y emerge en el lado opuesto en dos porciones iguales.

2.9 RECIPIENTES, RECEPCIÓN Y CONSERVACIÓN EN EL MUESTREO.

2.9.1 RECIPIENTES

Para evitar que las muestras se contaminen o se transformen de cualquier manera como resultado de su manejo, transporte o almacenamiento, deben ser mantenidas en recipientes capaces de conservar la integridad de la muestra. Algunas causas comunes de la pérdida de la integridad de la muestra son:

- Pérdida de componentes volátiles.
- Reacciones de los componentes con el aire.
- Descomposición en presencia de radiación ultravioleta.
- Degradación causada por cambios de temperatura.
- Cambios debidos a la actividad catalítica.

Los recipientes a emplear pueden ser de metal, vidrio o plástico, la selección del material del recipiente dependerá del tipo de muestra y de los analitos de interés a medir.

2.9.2 RECEPCIÓN Y REGISTRO

Para la recepción y registro de las muestras se deben observar los siguientes puntos:

- Número de muestras diarias.
- Identificación de las muestras; deberán tener la fecha, lugar donde se tomo, el nombre y firma del analista y los componentes a determinar.
- Hacer las anotaciones con tinta indeleble.
- Darles a las muestras un número para distinguirlas unas de otras.
- Tener cuidado de que las etiquetas de las muestras no sean fácilmente destruidas o intercambiadas con otras muestras.
- Que sufran el mínimo de cambios físicos y químicos mientras están en el laboratorio.
- El manejo de las mismas, deben hacerlo técnicos especializados sobre todo en materiales peligrosos.
- Requerimientos de instalaciones y personal especializado para recepción, registro y almacenamiento.
- Identificar el lugar donde se encuentran las muestras almacenadas.

2.9.3 CONSERVACIÓN

Los medios de conservación del analito son: la refrigeración, congelación, llenado con gas inerte, adición de ácido, uso de recipientes de vidrio ámbar o polietileno.

- Para conservar una muestra se deben determinar las necesidades de la muestra, el tiempo máximo de retención no debe exceder el tiempo en el cual la concentración del analito decrezca una cantidad igual a tres veces la desviación estándar del análisis con un 95 % de confianza en los resultados.
- Deben evitarse los cambios en la composición o estado físico antes del análisis.
- Tener un área separada para almacenar muestras ambientales de análisis de trazas.
- Usar los materiales de los recipientes adecuados para evitar la contaminación y conservar mejor al analito.
- Desarrollar técnicas de limpieza de los materiales.

- Conservar las muestras adecuadamente en el tránsito de un punto a otro.
- Semanalmente deben ser descargadas las muestras analizadas de listas y almacén.
- Almacenar las muestras en un lugar cerrado, seguro, con acceso limitado. El acceso limitado implica que una o dos personas tengan llaves del área de almacén.

2.10 SEGURIDAD EN EL MUESTREO

El personal que realiza los muestreos debe vestir siempre ropa de protección adecuada y si es posible tener un conocimiento detallado del material que va a ser muestreado, bajo ninguna circunstancia se deben permitir flamas cerca del área de muestreo. Los recipientes deben estar limpios y contruidos de un material inerte a la sustancia que va a muestrearse.

En líquidos, el peligro frecuentemente se encuentra en los inflamables y volátiles. Los líquidos tóxicos y desconocidos nunca deben ser succionados con la boca de tubos o pipetas. Aún en muestras sólidas el analista siempre debe usar una mascarilla de protección hasta que se establezca que el material en polvo no es riesgoso.

2.10.1 DISPOSICIÓN FINAL DE LAS MUESTRAS

La disposición final de las muestras no debe realizarse de forma tal, que se desechen en la tarja, solo en aquellos casos en donde se tenga tratamiento de aguas residuales y que el producto no provoque algún incendio, problemas en el funcionamiento de la planta de tratamiento de agua o problemas de salud como envenenamientos.

No deben desecharse las muestras en el cesto de la basura; deben regresarse al proceso si no han sido contaminadas o debe dársele un tratamiento previo. Para lo anterior debe desarrollarse un procedimiento seguro de disposición de muestras, el cual debe integrarse dentro del plan de muestreo.

3. AGUA

El solvente más utilizado en el laboratorio es el agua, tanto para la limpieza del material, como para preparar disoluciones o llevar a cabo reacciones, por lo que su composición debe estar perfectamente definida. El criterio de elección del tipo de agua depende del tipo de análisis a realizar. En las tablas 3.1 y 3.2 se establecen algunos usos y características de los diferentes tipos de agua.

Tabla. 3.1 Usos del agua

TIPO DE AGUA	USOS
III	-Limpieza de trabajo analítico ordinario. -Destilaciones simples. -Desionización u ósmosis inversa.
II	-Absorción atómica, Emisión Atómica, Ultravioleta Visible -Determinaciones a nivel de % y mg/L.
I	-Cromatografía líquida de alta resolución. -Determinaciones de trazas y ultratrazas elementales.

Tabla 3.2. Características generales de los diferentes tipos de agua¹

PARÁMETRO	TIPO I			TIPO II			TIPO III		
	ASTM	BSI	CAP/ NCCLS	ASTM	BSI	CAP/ NCCLS	ASTM	BSI	CAP/ NCCLS
Conductividad eléctrica, máx., $\mu\text{S}/\text{cm}^{\text{A}}$ a 25 °C	0.056	0.01	0.1	0.1	0.1	0.5	0.25	0.5	10
Resistividad eléctrica, min., M a 25 °C	18	N	10	10	N	2.0	4.0	N	0.1
pH a 25°C, intervalo de aceptación	N.A.*	N.A.*	N.A.*	N.A.*	N.A.*	N.A.*	N.A.*	5.0-7.0	5.0-8.0
Carbono orgánico total (COT), máx., $\mu\text{g}/\text{L}$	100	N.E.	N.E.	50	N.E.	N.E.	200	N.E.	N.E.
Sodio máx., $\mu\text{g}/\text{L}$	1	N.E.	N.E.	5	N.E.	N.E.	10	N.E.	N.E.
Cloruros máx., $\mu\text{g}/\text{L}$	1	N.E.	N.E.	5	N.E.	N.E.	10	N.E.	N.E.
Sílice, máx., $\mu\text{g}/\text{L}$	3	10	50	3	20	100	500	N.E.	1000
Contenido de oxígeno como matriz oxidable, máx., mg/L	N.E.	N.A.	N.E.	N.E.	0.08	N.E.	N.E.	0.4	N.E.
Absorbancia a 254 nm y 1 cm de trayectoria óptica, máx., unidades de absorbancia	N.E.	0.001	N.E.	N.E.	0.01	N.E.	N.E.	N.E.	N.E.
Residuos después de la evaporación por calentamiento a 110 °C, Máx., mg/kg	N.E.	N.A.	N.E.	N.E.	1	N.E.	N.E.	2	N.E.
Recuento de colonias, unidades formadoras de colonias/mL	N.E.	N.E.	<10	N.E.	N.E.	10^3	N.E.	N.E.	N.A.

Notas de la Tabla 2:

N.E. No específica este parámetro.

N.A. No aplicable.

^A La conductancia medida entre fases opuestas de un centímetro cúbico es llamada conductividad. La unidad de la conductividad eléctrica es siemens por centímetro (S/cm), anteriormente se usó la unidad de ohms/cm que es numéricamente equivalente a S/cm. Los valores de conductividad para el agua tipo I y II son aplicables a agua recién preparada, debido a que durante el almacenamiento es posible que contaminantes atmosféricos tales como bióxido de carbono o álcalis provenientes de los contenedores de vidrio sean disueltos y provoquen cambios en la conductividad.

1 La información de esta tabla fue tomada de la Norma D 1193-91 ASTM V. 11.1, p, 45.

Consideraciones para el uso del agua

- Es importante mencionar que para los diferentes tipos de agua que existen (ver, tabla 2), la conductividad eléctrica y resistividad eléctrica especificados para cada tipo de agua, son parámetros de medición que deben cumplirse para un adecuado control del proceso de purificación del agua, estos parámetros son medidos en los sistemas de desionización de agua en línea, es decir internamente, por lo que una vez que el agua sale del sistema entra en contacto con el aire y tiende a absorber el bióxido de carbono (CO₂) hasta alcanzar el equilibrio de solubilidad en el agua, entonces en este momento el agua alcanza valores de conductividad de aproximadamente 1,1 μS/cm a 25 °C, equivalente a una resistividad de aproximadamente 0,9 MΩ; debido a la influencia del CO₂; esto implica que el agua disminuye su pureza, por lo que es importante mencionar la recomendación de que cada usuario debe revisar si este cambio afecta su aplicación en particular.

Por ejemplo en el caso de la medición de elementos químicos a nivel trazas (μg/kg), la presencia de CO₂ no es un factor que afecte el uso del agua Tipo I para este caso particular, es más importante revisar el nivel de concentración de los analitos presentes en el agua Tipo I, sobre todo de los analitos que se desean analizar, así como sus posibles interferencias.

- Para determinaciones de compuestos orgánicos el agua debe estar almacenada en contenedores hechos de vidrio resistente, o idealmente de sílice fundida.
- Para determinaciones inorgánicas, el agua debe estar almacenada en contenedores hechos de polietileno de baja densidad para el agua Tipo I y Tipo II, para el agua Tipo III en contenedores de polipropileno o borosilicato. El almacenamiento del agua Tipo I no debe ser prolongado ya que se corre el riesgo de contaminarse.
- Mantener cerrados los contenedores del agua, para evitar contaminación, para el agua Tipo I se recomienda que sean cubiertos con plástico en la parte de la cubierta y en parte donde ocurra la salida de agua.
- Verificar en la producción del agua, su conductividad al menos diariamente y analizar muestras de agua pura periódicamente (cada mes o cada dos meses) para metales pesados y materiales orgánicos con la finalidad de monitorear el funcionamiento del sistema productor de agua.

4. MATERIAL DE VIDRIO

Todo el material de vidrio utilizado en el laboratorio juega un papel primordial en cualquier medición analítica así como también en el desarrollo de algún experimento, por lo que es de vital importancia considerar su buen uso, manejo y limpieza; para asegurar en parte, que el volumen medido por el material volumétrico sea el indicado y también para evitar contaminación cruzada en las muestras.

4.1 CLASIFICACIÓN DEL MATERIAL DE VIDRIO

El material volumétrico se clasifica de tres formas: a) por el tipo de material con el que esta fabricado, b) por su tolerancia y c) por su uso.

Clasificación por el tipo de material que está fabricado:

Tipo I Material fabricado con vidrio borosilicato, que a su vez se subdivide en:
Subtipo Ia.- Bajo coeficiente de expansión térmica.
Subtipo Ib.- Alto coeficiente de expansión térmica.

Tipo II Material fabricado con vidrio calizo.

Tipo III Material fabricado con vidrio de baja transmitancia luminosa.

Es importante conocer esta clasificación, para poder decidir de que tipo de material debe ser comprado, si será empleado para calentar, como los vasos de precipitados, matraces Erlen-meyer, etc.

Clasificación por su Tolerancia: La cual define su exactitud.

Tipo I Material para medición de precisión aproximada, que a su vez tiene dos clases

Clase A. Se consideran los artículos volumétricos de mayor exactitud.

Clase B. Son artículos de menor exactitud, ya que la tolerancia de éstos es el doble que la establecida para los de clase A.

Clase C. Se les llama Material para educación escolar, se consideran los artículos volumétricos de menor exactitud y se recomienda su uso como su nombre lo indica para escuelas.

Tipo II Material para medición aproximada. Como lo son los vasos de precipitado, etc.

- Si el método requiere de alta exactitud, usar únicamente material de vidrio clase A, ya que tiene especificaciones de alta exactitud y dependiendo de la importancia del volumen y de su

contribución a la incertidumbre total, requerirá o no calibración.

- Se puede usar material de vidrio clase B y C si se considera que una menor exactitud en las mediciones no afecta, pero se debe almacenar por separado de la clase A para evitar confusiones.

Clasificación de acuerdo a su uso:

El material de vidrio volumétrico se encuentra diseñado para: entregar y para contener.

Material para entregar Es aquel 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, una vez que transfiere el líquido, le permite retener una cierta cantidad de líquido suspendido en sus paredes y en el caso de las pipetas en la punta.

Material para contener Es aquel que es llenado a su marca a la cual fue calibrado para contener un volumen determinado. Lo anterior significa que si este material fuera empleado para entregar, este entregaría menos del volumen deseado, debido a que una cierta cantidad del líquido se retiene en las paredes del recipiente, esta diferencia es considerable para propósitos analíticos.

Se recomienda escoger el material de acuerdo a las necesidades de la metodología a emplear.

4.2 CONSIDERACIONES GENERALES DE USO DEL MATERIAL DE VIDRIO

El uso inadecuado del material de vidrio durante el proceso de medición puede ser crítico y contribuir a la incertidumbre total, por esto, se listan las consideraciones generales del uso del material de vidrio de forma que la incertidumbre sea propia del desarrollo del proceso de medición.

- Es recomendable realizar la selección adecuada del material de vidrio de acuerdo al proceso de medición en el cual vaya a ser empleado, así como a la exactitud que se requiera, para obtener resultados de medición confiables.
- Se debe tomar precauciones de posible contaminación debida al uso previo del material en otro análisis. Por esta razón debe lavarse adecuadamente y clasificarse de acuerdo a su uso.
- Cuando prepare disoluciones en material de vidrio para mediciones analíticas inorgánicas, no almacene las disoluciones por períodos prolongados, transfíeralas inmediatamente a recipientes de polietileno de baja densidad, para evitar contaminación del material de vidrio sobre todo, si se utiliza material volumétrico.

-
- Lavar tan pronto como sea posible aquel material que haya estado en contacto con disoluciones concentradas, si no se pueden someter a una limpieza total inmediata, debe darle un enjuague con agua para remover la mayor cantidad de disolución residual y posteriormente sumergirlo en agua con detergente neutro libre de metales.
 - Dejar separadas las juntas, llaves y válvulas esmeriladas después de su uso.
 - Evitar limpiar el material de vidrio con cepillos gastados pues las partes metálicas del cepillo rayan el vidrio y aumentan las posibilidades de contaminación por acumulación de compuestos.
 - Evitar poner el vidrio en contacto con disoluciones de ácido fluorhídrico o álcalis concentrados. El hidróxido de sodio y de potasio ataca al vidrio y desgasta las paredes de los recipientes que los contienen.
 - El material de vidrio empleado en reacciones orgánicas debe estar libre de agua (excepto aquellos casos, en que se realicen reacciones en disolución acuosa).

4.3 CONSIDERACIONES GENERALES EN EL USO DEL MATERIAL A UTILIZAR EN LA MEDICIÓN DE COMPUESTOS O ELEMENTOS INORGÁNICOS.

- En análisis de trazas, la clase de vidrio utilizado, su limpieza y almacenamiento son aspectos críticos, debido a que la adsorción de algunos iones metálicos puede ser significativa.
- Los cuidados de limpieza del material de vidrio a utilizar en mediciones de compuestos o elementos inorgánicos es de vital importancia para evitar la contaminación de las muestras a analizar. Una recomendación que se debe seguir en el proceso de limpieza es utilizar jabones neutros, reactivos, agua, etc., que no contengan los compuestos o elementos que se quieran analizar, ya que de esta manera se evita la contaminación de las muestras.
- Para evitar contaminación cruzada en las muestras. Se recomienda el uso de teflón para mediciones de ultratrazas, polietileno de baja densidad para mediciones de trazas, polietileno de alta densidad y/o polipropileno cuando se realizan mediciones de concentraciones altas.

Existen dos tipos de contaminación: contaminación positiva y contaminación negativa. La contaminación positiva se origina la mayoría de las veces en el proceso de limpieza, y es debida al tipo de detergentes y reactivos utilizados durante este proceso, los cuales son adsorbidos por el material que se está lavando. La contaminación negativa, se presenta debida al que recipiente que contiene la muestra absorbe el analito de interés y esta absorción depende de la concentración del mismo, se caracteriza también por la pérdida de la concentración del analito, dicha pérdida se lleva a cabo a través de las paredes del recipiente.

4.4 LIMPIEZA

El tipo de limpieza en el material de vidrio es determinante en la calidad de las mediciones analíticas, por esta razón, existen varios tipos de limpieza que dependen de las sustancias que requieran ser removidas del material de vidrio, para evitar contaminación durante el manejo de las muestras y/o determinaciones analíticas.

4.4.1 LIMPIEZA GENERAL DE MATERIAL A UTILIZAR EN MEDICIONES ANALÍTICAS DE COMPUESTOS ORGÁNICOS.

Existen diferentes formas para mantener la limpieza del material de vidrio, la técnica utilizada, en este caso, referida al uso de material para la caracterización de compuestos orgánicos. La forma más simple es utilizando agua destilada y dejar escurrir y secar al aire el material de vidrio.

- Los cepillos utilizados para la limpieza deben estar curvados, para una limpieza total de los matraces, principalmente en el fondo de los mismos.
- Lavar el material con una disolución de detergente al 10 % con agua destilada.
- Enjuagar con agua corriente y después con agua destilada eliminando totalmente el detergente.
- Comprobar la limpieza, dejando escurrir el material, la formación de gotas en las paredes del mismo indican que el material se encuentra sucio de esa zona.
- El material limpio debe guardarse invirtiéndolo sobre papel secante.
- Otras piezas de material, como condensadores, pueden ser colocados sobre sus lados laterales dentro de una gaveta limpia.

Ejemplo de la limpieza de una bureta

- Diluir 2 mL del detergente en 50 mL de agua destilada e introducirlo en la bureta.
- Mantener la disolución de detergente entre 2 y 1 min.
- Vaciar la disolución de detergente de la bureta.
- Enjuagar la bureta tres veces con agua corriente y varias veces con agua destilada.

En el caso de que la bureta se encuentre bastante sucia se recomienda adicionar una disolución de Hidróxido de sodio (NaOH) al 50 % dejando reposar por 5 minutos y enjuagar con agua corriente y finalmente con agua destilada verificado la eliminación total del NaOH, esto se lleva a cabo con adición de unas gotas de indicador fenolftaleína en el agua después de enjuague, el agua de enjuague debe permanecer incolora lo que es indicativo de que el materia ha quedado sin residuos de NaOH.

4.4.2 LIMPIEZA CON MEZCLA DE PEROXIDISULFATO DE AMONIO

Este tipo de limpieza se utiliza cuando es necesario eliminar materia orgánica tal como: ácidos orgánicos y ácidos grasos principalmente. Esta mezcla requiere una manipulación muy cuidadosa por lo que deben seguirse las medidas de seguridad necesarias. La preparación de la mezcla se describe en el anexo 1. Su uso se describe a continuación:

- Lavar previamente el material de vidrio utilizando la técnica de limpieza general.
- Vaciar parte de la mezcla de peroxidisulfato de amonio² y dejar escurrir por las paredes del material de vidrio hasta formar una película homogénea. También se puede sumergir totalmente el material en la disolución de la mezcla si el material está demasiado sucio o tiene compuestos difíciles de eliminar.
- Mantener en contacto por varias horas y si es posible toda la noche el material con la mezcla.
- Enjuagar con agua corriente cuidadosamente y, posteriormente con agua destilada.
- Se debe enjuagar exhaustivamente el material para evitar tener residuos de la mezcla.

4.4.3 LIMPIEZA CON MEZCLA SULFONÍTRICA

Este tipo de mezcla se utiliza cuando se requiere eliminar reactivos difíciles de remover del material de vidrio, tales como ácidos grasos. La técnica de limpieza es igual que para la empleada cuando se usa la mezcla de peroxidisulfato de amonio.

- No debe emplearse esta mezcla si la combinación de ácidos permite la formación de compuestos peligrosos con algún material orgánico de residuo; por ejemplo la reacción de benceno con esta mezcla es altamente exotérmica y produce un compuesto peligroso.
- La mezcla se puede usar fría o caliente y en ocasiones el material puede hervirse en la misma debajo de un extractor de gases.
- Para determinaciones de elementos o en análisis de radiaciones químicas en algunos casos es necesario enjuagar con agua bidestilada el material de vidrio.
- Tanto en la manipulación de la mezcla de peroxidisulfato de amonio como en la sulfonítrica

² La disolución de limpieza a base de peroxidisulfato reemplaza a la mezcla crómica, la cual es carcinógena .

se deben tomar todas las precauciones necesarias, por ser disoluciones altamente tóxicas y corrosivas; es importante por lo tanto, utilizar guantes y careta durante su manejo.

4.4.4 LIMPIEZA CON SOLVENTES ORGÁNICOS

- Cuando el agua es considerada un factor contaminante, se debe eliminar totalmente del material de vidrio, usando acetona que no sea grado reactivo.
- Otra forma de eliminar compuestos orgánicos, principalmente grasas, es utilizar solventes tales como: acetona, hexano, etc.
- Como regla general, en el caso en que no se trabaje con disoluciones acuosas, el material de vidrio se debe enjuagar con el solvente que se va a utilizar en el análisis o mediante un sustituto que sea más económico y que no contamine. No olvidar que es importante que los solventes sean miscibles entre sí.

4.4.5 PROCESO DE LIMPIEZA DEL MATERIAL A UTILIZARSE EN DETERMINACIONES ANALÍTICAS INORGÁNICAS.

- Lavar el material, sumergiéndolo en una disolución de detergente del 2 - 10 % (depende del detergente³) con agua destilada tibia durante una hora, en caso de utilizar agua fría déjelo una noche (12 h).
- Enjuagar con agua corriente y luego con agua desmineralizada o destilada. El detergente debe eliminarse totalmente.
- Comprobar la limpieza, dejando escurrir el material, la formación de gotas en las paredes del material indica contaminación.
- El material limpio debe guardarse invirtiéndolo sobre papel secante.
- Enjuague con alcohol isopropílico grado reactivo, para eliminar cualquier grasa que no se haya eliminado en el lavado con detergente.
- Enjuagar el matraz con agua destilada varias veces para eliminar el solvente (alcohol isopropílico).
- Llenar el material con una disolución de ácido nítrico grado reactivo al 20 % preparada con

³ Detergente, debe ser libre de fosfatos y neutro.

agua destilada o desionizada y dejarlo reposar por lo menos una noche (12 h) colocándolo en una campana de extracción.

- Después de este tiempo desechar la disolución ácida a un recipiente especial, ya que esta disolución puede ser utilizada hasta cinco veces para este propósito (si su empleo es con material nuevo), posteriormente enjuague con agua destilada o desionizada hasta eliminación del ácido.
- Llenar el material con agua destilada o desionizada y dejarlo reposar por lo menos una noche (12 h).
- Posteriormente, justo antes de utilizarse desechar el agua y enjuagar el material dos veces con agua destilada o desionizada recién producida.

Es importante enjuagar rápidamente el material después de haberlo utilizado para evitar la contaminación posterior de nuevas muestras.

Si el material se va a utilizar siempre para el mismo tipo de muestras o determinaciones de compuestos o elementos, el proceso de limpieza posterior no debe incluir el lavado con detergente, este lavado se realiza casi siempre cuando el material es nuevo (debido a la grasa o lubricante empleado en su fabricación), cuando se ha utilizado para muestras de matriz compleja y cuando se requiere eliminar grasa o manchas difíciles

Una vez realizada la limpieza ácida, se recomienda para los matraces volumétricos que no vayan a ser empleados inmediatamente, que se conserven llenos de agua destilada o desionizada hasta el momento de su uso.

4.5 SECADO DEL MATERIAL DE VIDRIO

- Se pueden utilizar hornos secadores que operan a una temperatura entre (105-115) °C, para trabajo rutinario. No se debe mantener el material dentro de los hornos por periodos largos. Es recomendable secar solo el material enjuagado con agua.
- Antes de colocar el material dentro del horno, se debe separar cualquier junta de vidrio, tapones esmerilados y llaves. No secar llaves de teflón dentro de un horno secador.
- ***Nunca** meter el material volumétrico clase A a la estufa ya que la temperatura propicia la expansión del vidrio y esto provoca que el volumen para el cual se calibró ya no sea válido.*
- El material se debe cubrir con papel aluminio cuando se introduzca en una mufla, excepto los crisoles de platino.

- Cuando sea absolutamente necesario secar con solventes orgánicos, el material de vidrio puede secarse rápidamente, enjugándolo con 5-10 mL de acetona. Nunca usar acetona grado reactivo. Utilice "acetona para lavar" o alcohol isopropílico.
- Cuando use aire seco, debe asegurarse que el aire esté completamente limpio, libre de partículas y aceite. Frecuentemente se usa en trabajo rutinario y es muy útil para eliminar partículas de polvo, aceite o para acelerar el proceso de secado.
- El proceso usando vacío puede acelerarse colocando un gotero de vidrio limpio, conectado a la línea de vacío por un tubo de hule de paredes duras, dentro del matraz drenado (o el material que se vaya a secar). Este proceso debe hacerse con precaución pues el material puede llegar a romperse si no resiste el vacío.
- El aire comprimido probablemente puede contener gotas de agua y aceite que contaminan al material, por lo que su uso no es muy recomendable.
- Nunca se debe usar flama directa para secar el material de vidrio, si están presentes gotas de agua, éste puede calentarse heterogéneamente y romperse. Si el matraz contiene solventes, los vapores pueden causar fuego.
- El secado de material a utilizarse en determinaciones analíticas inorgánicas, se recomienda que se realice colocando el material sobre una charola que contenga suficiente papel absorbente con la boca hacia abajo, para que se escurra el exceso de agua el tiempo suficiente. La charola deberá ubicarse en un lugar limpio libre de corrientes de aire que puedan contaminar el material con polvo o vapores de reactivos.
- Si el laboratorio cuenta con área limpia, es conveniente secar el material en estas áreas. Estas áreas limpias generan aire limpio con control de velocidad del aire (flujo laminar) y controlan el tamaño y cantidad de partículas de polvo.
- Existen en el mercado equipos que producen áreas limpias: Módulos de Flujo Laminar que incluyen filtros HEPA⁴, son muy útiles sobre todo cuando se realizan determinaciones analíticas de niveles bajos de concentración y en trazas elementales.

4.6 CUIDADOS DEL MATERIAL DE VIDRIO ESMERILADO

- Las juntas deberán guardarse libres de químicos y polvo, de otra manera se pueden pegar o

⁴ Filtros HEPA, High Efficiency Particulate Air. Son filtros fabricados para controlar el tamaño de partícula del polvo hasta de 0,3 micras, así como cantidad de partículas de polvo en el área donde se encuentran instalados. Es recomendable su instalación en aquellos laboratorios que se dedican a realizar análisis a nivel de trazas elementales.

atorar.

- Las llaves de vidrio de los embudos de separación al igual que las juntas esmeriladas deben limpiarse de grasas de hidrocarburos con una toalla húmeda con acetona guardándolas por separado.
- Las grasas de silicona deben eliminarse cuidadosamente con diclorometano⁵.
- Si se mantienen las llaves en los embudos o buretas, se deben engrasar para evitar que se peguen.
- Las llaves de teflón no necesitan engrasarse, deben limpiarse utilizando solventes orgánicos y colocarse sin ajustar en la junta hasta que se utilicen de nuevo.

4.7 USO Y MANEJO DEL MATERIAL DE VIDRIO VOLUMÉTRICO

En esta sección se indican puntos importantes en la manera de utilizar el material de vidrio volumétrico enfocados a realizar las mediciones de volumen con mejor exactitud y precisión.

4.7.1 LECTURA DEL MENISCO

- En todos los aparatos en que el volumen esté limitado por un menisco, la lectura o el ajuste se hacen en el punto más bajo del mismo, siempre que los líquidos sean transparentes.
- Para que el punto más bajo pueda ser observado, es necesario obscurecer su contorno con algún material, colocado por detrás y justamente abajo del menisco, lo cual hace que el perfil se destaque en contraste con un fondo claro.
- El ajuste inicial no se hace por encima ni por debajo de la línea de graduación. La posición del punto inferior del menisco, con respecto a la línea, debe quedar en un plano horizontal que pase por el centro de la línea de graduación.
- La posición del menisco se obtiene ajustándolo en el centro de la elipse que forma la línea de graduación cuando es observada desde un plano inferior y mirando hacia arriba.
- Un ejemplo de lectura de correcta del menisco es la lectura del volumen entregado por una bureta, en la figura 1 se observa en la parte izquierda, como la línea encontrada en la parte posterior de algunas buretas puede ser útil para la lectura, en la parte derecha encontramos que otra posibilidad es el colocar un pedazo de papel oscuro en la parte posterior de la

⁵ El diclorometano es un solvente altamente tóxico, evitar su inhalación y su contacto directo con la piel.

bureta para ayudar a visualizar el menisco.

- *Es importante que el analista se encuentre de frente a la marca de aforo ya que la variación en la posición del observador puede ocasionar errores en la lectura.*

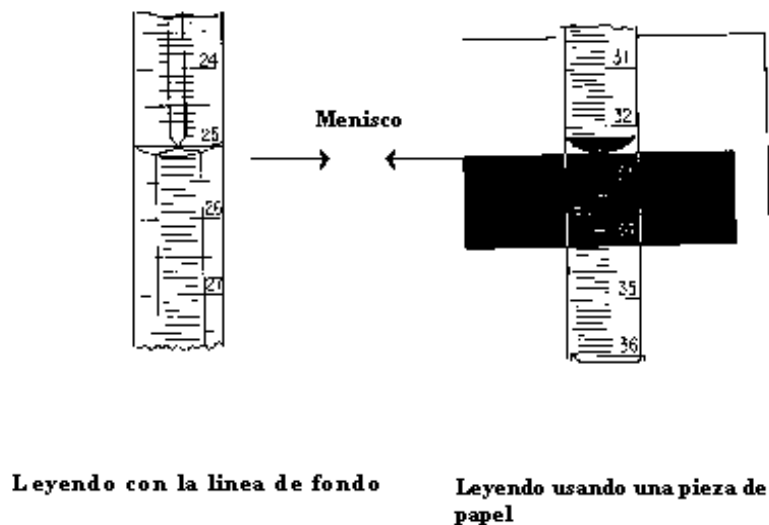


Fig. 1. Forma correcta de leer el menisco.

4.7.2 PIPETAS VOLUMÉTRICAS

- Usar pipetas limpias y secas. Se recomienda utilizar pipetas clase A, para mejorar exactitud. Si el método empleado y el resultado de la medición requieren de alta exactitud, se recomienda utilizar pipetas calibradas.
- La marca circular grabada indica el lugar en que se debe ubicar el menisco de la disolución, para que la pipeta escurra su volumen nominal, cuando se le usa correctamente (ver figura 2)
- Asegúrese que la pipeta tenga una entrega del líquido continua, es decir que no sea intermitente o que no esté bloqueada.
- Verifique que la punta y la parte superior de la pipeta no se encuentren dañadas.

Para lograr la entrega más exacta de la pipeta, se deben seguir los siguientes pasos:

- Enjuagar la pipeta con la disolución que se va a medir y desecharla.
- Utilizar una perilla de plástico para llenarla, hasta que el menisco quede por encima de la

marca.

- Mantener el nivel del líquido por encima del menisco.
- Estando en la posición anterior, utilice papel absorbente o una toalla para eliminar todo residuo de disolución que esté adherida a la parte externa de la punta.
- La punta de la pipeta debe estar libre del contacto de la pared interior del recipiente o del cuello del matraz, del cual se sacó la muestra, permita que el menisco se acerque muy lentamente a la marca (Ver lectura del menisco).

- Cuando se encuentre justo tangente a la marca, traslade suavemente la pipeta al recipiente, para prevenir una pérdida accidental por la punta. Permita que la disolución fluya con su rapidez natural, manteniendo la pipeta vertical. **No utilice perilla** para entregar la disolución, pues modifica su velocidad de entrega y por lo tanto, el volumen a entregar.

- Durante este escurrimiento, debe estar la punta cercana a la superficie interior del vaso, para evitar pérdidas por salpicaduras de la disolución.

- Drenar la disolución, hasta que caiga la última gota. No sople el resto de disolución que quede en la punta, la pipeta ha sido calibrada considerando ese volumen.

- Verifique el tiempo de entrega de la pipeta (de acuerdo a las especificaciones del proveedor) para dejar caer la última gota, si no cuenta con las especificaciones, consulte la NOM-BB-86-1982. Sostener la pipeta en posición vertical y transferir el líquido dejando que la punta toque la pared del recipiente que lo recibe (como se muestra en la figura 2). Una vez transferido el líquido, la pipeta podrá ser retirada de la pared del recipiente cuando el líquido haya drenado completamente. (Permita 2 segundos de tiempo de espera).

- Lavar la pipeta inmediatamente después de transferir la disolución para evitar que se contamine con la sustancia que se midió.

Si la calibración del instrumento no es posible, se recomienda realizar la verificación del material (ver sección 4.8).

4.7.3 PIPETAS GRADUADAS

- Las reglas de uso para pipetas graduadas son las mismas que para las volumétricas, salvo que en lugar de dejar escurrir libremente, hasta que termine el drenado, se debe detener en la marca deseada de la escala graduada (ver figura 2).

- La entrega debe hacerse lo más rápido que sea posible.

- Algunas pipetas serológicas están calibradas "para soplar" o sea que la entrega incluye la

cantidad restante en la punta, la cual hay que soplar dentro del recipiente. Este tipo de entrega se marca con la franja opaca cerca de la parte superior.

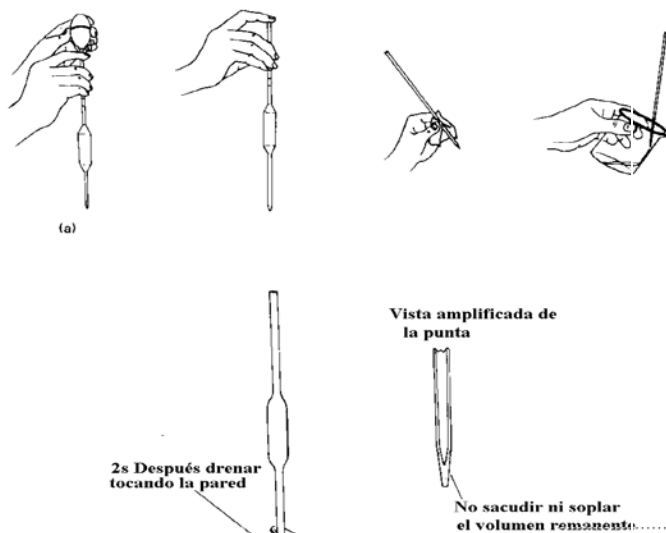


Fig. 2. Forma correcta de pipetear.

4.7.4 MATRACES VOLUMÉTRICOS⁶

Los matraces volumétricos son materiales diseñados para contener un volumen de líquido específico. A continuación se explica la manera correcta de su uso incluyendo el procedimiento de preparación de disoluciones.

Antes de utilizar el matraz, verifique los siguientes puntos:

- Verificar que el cuerpo del matraz no se encuentre fracturado o con partículas de vidrio adherido.
- Seleccionar el tapón adecuado a la medida del matraz.
- Asegurar la limpieza del matraz y enjuagarlo previamente con el disolvente a utilizar en la

⁶ La temperatura de referencia estándar es también a 20 °C cuando se llena hasta la línea de graduación. El menisco se debe observar de la misma manera que se hace en las pipetas.

preparación de la muestra.

Una vez verificado lo anterior, proseguir con lo siguiente:

- Seleccionar los reactivos y solventes adecuados, dependiendo del tipo de análisis; calcular la cantidad teórica del reactivo.
- Utilizar balanzas calibradas y asegurarse de que los receptores de carga siempre estén limpios.
- Pesar en un vidrio de reloj, papel para pesar, pesafiltros o en un vaso de precipitados el reactivo, utilizando una espátula limpia.
- Si la disolución del soluto implica una reacción exotérmica, disolverlo primero en un vaso de precipitados, para evitar que el matraz volumétrico **se caliente**, y con ello evitar pérdida de la calibración.
- Disolver completamente el soluto en pequeños volúmenes de disolvente siempre inferiores a la capacidad del matraz.
- Transferir totalmente el sólido al matraz volumétrico utilizando pequeñas cantidades de disolvente contenido en una pizeta, utilizando un agitador y un embudo; evitar que el líquido se quede en las paredes o en la boca del matraz limpiando las paredes y el cuello del matraz con el disolvente.
- Si la disolución a preparar es a partir de un líquido, medir el líquido tomando una alícuota con una pipeta volumétrica (utilizarla como en la sección anterior), transfiera la alícuota al matraz y posteriormente limpie las paredes y cuello del matraz con el disolvente.
- Si al transferir la disolución el matraz volumétrico se calienta, enfriar a temperatura ambiente antes de llevar a la marca con el disolvente.
- Llenar con disolvente hasta un volumen menor al indicado por la marca de aforo, para hacer el ajuste, se debe mojar todo el cuello con el disolvente a utilizar.
- Dejar reposar de uno a dos minutos, dependiendo del volumen del matraz antes de completar el ajuste final del menisco.
- Completar el volumen con el disolvente hasta la marca de aforo, utilizando una pipeta, un gotero o una pipeta Pasteur. Evitar el error de paralaje.
- Tapar el matraz y homogeneizar la disolución invirtiéndola varias veces.

- Si no se va a utilizar la disolución inmediatamente, transferirla a un frasco limpio, seco y colocarle una etiqueta que contenga la siguiente información: tipo de disolución, fecha de preparación, fecha de vigencia, analista que lo preparó, toxicidad y precauciones especiales a ser consideradas, entre otras.
- Si las disoluciones son volátiles, deben guardarse en el refrigerador, si son susceptibles a la luz, en frascos ámbar y en la oscuridad.
- Si es una disolución para realizar una determinación de elementos o compuestos inorgánicos, transferirla inmediatamente a un frasco limpio y seco de polietileno de baja densidad.
- Al guardar las disoluciones se debe procurar que las de una misma serie de compuestos químicos, estén juntos para evitar contaminación o reacciones entre los reactivos.
- Lavar el matraz volumétrico inmediatamente después de transferir la disolución para evitar que el matraz se contamine con la sustancia contenida.

4.7.5 PROBETAS⁷

Las probetas son instrumentos calibrados para entregar volúmenes variables de líquido. Es importante mencionar que existen probetas para contener. Antes de utilizarlas verifique que su limpieza haya sido adecuada. A continuación se listan algunas sugerencias de uso de las probetas.

- Al llenarlas, se deben inclinar para que el líquido fluya por un solo lado.
- Para terminar, mojar toda la pared interior hasta aproximadamente 20 mm arriba del menisco inclinando ligeramente la misma en todas las direcciones.
- En este caso debe dejarse escurrir alrededor de cuatro minutos, antes de completar el ajuste final.
- Si la calibración está hecha para entregar la cantidad indicada, el suministro se hace inclinando gradualmente el recipiente en el cual se transfiere el líquido y evitando en lo posible la agitación y salpicaduras del líquido contenido.
- Al terminar de vaciarse la probeta debe estar en posición casi vertical, manteniéndola en esa posición medio minuto, entonces, la gota que queda adherida al borde se añade tocando la superficie mojada del recipiente.

⁷ La capacidad de una probeta se define como aquella correspondiente a cualquier línea de graduación expresada en mililitros, cuando es llenada con un volumen de agua a 20 °C a la línea de graduación.

- Cuando las instrucciones de un procedimiento indican alrededor de 5 mL de disolución, es buena práctica usar una probeta graduada, sin pretender ajustar con precisión el menisco al volumen especificado.
- Si se usa una probeta para adiciones sucesivas de reactivos diferentes, generalmente se recomienda evitar enjuagar entre añadiduras, siempre y cuando los reactivos no reaccionen entre sí.
- Deberá de conocer si la probeta que está empleando es para contener o para entregar y al usarlas de forma adecuada para evitar errores de medición.

4.7.6 BURETAS

Estos instrumentos están diseñados para entregar volúmenes variables de líquido con mejor exactitud que las probetas.

Antes de utilizarlos verifique lo siguiente:

- La entrega del líquido debe ser continuo, si la entrega se observa bloqueada parcial o totalmente, verifique la limpieza de la bureta.
- Verificar que la válvula de la bureta, sea del tipo de válvula intercambiable, identifique que la válvula de la bureta corresponda al cuerpo de la bureta.
- La bureta debe estar limpia, verificado o calibrada.

Una vez corroborado lo anterior, se deben continuar los puntos siguientes, para obtener mejor exactitud en la medición:

- Antes de utilizar la bureta, debe ser llenada, si es posible con el líquido a medir y descargar (a desecho) todo el líquido, con la finalidad de enjuagar la bureta.
- Llenar nuevamente la bureta a unos cuantos milímetros sobre la marca y espere a que el líquido termine de escurrir sobre las paredes.
- La bureta debe ser mantenida en un plano vertical, de tal manera que el líquido drene libremente bajo la influencia de la gravedad.
- Cuando llene la bureta asegúrese que la válvula y la punta estén llenas del líquido, revisando que no haya burbujas de aire atrapadas entre la válvula y la punta de la bureta.

- Ajustar el menisco al nivel correcto (ver 4.7.1) esperando que escurra totalmente el líquido de la parte superior y verificar el ajuste del menisco.
- Cuando entregue el líquido, asegúrese que éste no tenga contacto con ningún objeto.
- Es esencial que el menisco mantenga su forma a través de la operación de entrega.
- El operador puede evitar el error de paralaje cuando lea la marca de la bureta, observando el menisco de acuerdo al punto 4.7.1.
- Las gotas adheridas a la superficie interna de la bureta o la forma del menisco distorsionado durante el proceso de descarga, son debido a falta de limpieza de la bureta, en estas circunstancias el proceso de medición es inválido.

4.8 VERIFICACIÓN DEL MATERIAL VOLUMÉTRICO⁸

El material de vidrio se verifica usando el método gravimétrico para recipientes con capacidad menor de 2 L y el método volumétrico para recipientes con capacidad mayor a 2 L. Para la verificación del material empleando el método gravimétrico se emplea agua desionizada.

- El material de vidrio que requiere ser verificado es: matraces aforados o volumétricos, pipetas volumétricas y buretas; dependiendo de la contribución del volumen a la incertidumbre del proceso de medición.
- Una buena práctica de laboratorio es registrar si el material volumétrico está calibrado o verificado, cuando se realicen determinaciones analíticas.
- Es necesario asegurarse durante el proceso de verificación que las balanzas utilizadas estén calibradas al igual que los termómetros, así mismo se recomienda dejar por lo menos 30 minutos a que se equilibren a las condiciones ambientales: el agua a utilizar, el material volumétrico y todo aquel equipo periférico a ser empleado en la verificación.
- Cuando realice cualquier pesada durante el procedimiento, utilice guantes⁹, para evitar variaciones en el pesado debidas a la grasa de las manos.
- Debe medir la presión atmosférica, temperatura y humedad relativa a la cual se realiza cada medición para efectos de corrección.

⁸ Tema basado en la norma oficial mexicana, NOM-BB-86-1982; Utensilios y Recipientes Volumétricos de Vidrio para Laboratorio- Especificaciones.

⁹ Puede utilizar guantes de algodón o de polietileno.

4.8.1 BURETAS

Estos instrumentos están diseñados para entregar volúmenes variables de líquidos.

Procedimiento de verificación

- La bureta debe estar limpia, seca y mantenida en posición vertical.
- Llenar la bureta con agua destilada ambas deben estar a la misma temperatura (20 °C), u otra temperatura que esté determinada al momento de realizar la verificación.
- Ajustar el nivel del agua a la marca de cero (ver lectura del menisco sección 4.7.1).
- Pese (al miligramo más próximo) un matraz aforado con tapa esmerilada. Es esencial que este matraz esté completamente seco, sin película acuosa en la tapa.
- Coloque la punta de la bureta contra el matraz y deje caer luego 20 % de la capacidad de la bureta al matraz previamente pesado, asegurándose de que la punta esté por debajo del área de la tapa y contra la pared interna, deje drenar el líquido.
- Tape inmediatamente el matraz, determine y anote la lectura registrada en la escala de la bureta.
- Vuelva a pesar el matraz tapado. Calcule el peso del agua contenida y determine el volumen real, tomando la lectura de: la temperatura del agua (en grados Celsius) ajustando al 0,01°C más cercano y la presión atmosférica del laboratorio.
- Repita el proceso para entregas de 40, 60, 80 y 100 % del volumen total de agua contenida en la bureta llenada cada vez hasta el cero.
- Repetir al menos seis veces la serie de mediciones.
- Calcular las correcciones de volumen.
- Para hacer las correcciones, se debe tomar en cuenta, la masa del agua, la masa del matraz aforado, así como las condiciones de temperatura del laboratorio donde se lleva a cabo la verificación; usando la siguiente ecuación:

$$V_{20} = [M_b - M_c]z$$

M_b : Masa del utensilio o recipiente lleno hasta el aforo o marca graduada en g.

M_c : Masa del utensilio o recipiente vacío, en g.

- Existen tablas con los valores de z^{10} que depende de la temperatura y presión del laboratorio donde se lleva a cabo la verificación, en la tabla 1 de la sección de anexos se puede encontrar esta información.

Puede concluir si se corrobora la verificación de dos formas:

- a) Estimando la incertidumbre de la repetibilidad del proceso para cada punto y comparar si el valor con su incertidumbre asociada, se encuentra en el intervalo formado por la capacidad de la bureta y su tolerancia. Si el valor verificado se encuentra dentro, se corrobora la especificación del proveedor.
- b) La diferencia de volumen en la repetición de los valores de volumen no debe ser mayor de 0,01 mL, si la diferencia es mayor de 0,01 mL, repita el procedimiento o verifique las especificaciones proporcionadas por el proveedor

Considerar que si las buretas son empleadas con disoluciones alcalinas, estas desgastaran las paredes y llegará un punto en el que cambiarían las especificaciones del proveedor por el uso de la bureta.

4.8.2 PIPETAS

Este procedimiento de verificación se basa en la determinación del peso de agua entregada por la pipeta.

- Asegurarse de la limpieza de la pipeta.
- Utilizar agua destilada a temperatura ambiente (20 °C), u otra temperatura que esta determinada al momento de realizar la calibración.
- Pese un matraz aforado con tapa, hasta el miligramo más próximo. El matraz debe estar perfectamente seco y no debe haber agua entre la tapa y el matraz.
- Llene un vaso de precipitado con agua desmineralizada y permita equilibrar la temperatura del agua y vaso a la temperatura ambiente por no menos de 30 minutos. Mida la temperatura del agua al 0,1 °C más cercano, así mismo mida la presión atmosférica del laboratorio.
- Llenar la pipeta a unos cuantos milímetros sobre la marca y espere a que el líquido termine de

¹⁰ El factor z relaciona el coeficiente de expansión del vidrio de borosilicato, la densidad de las pesas de las balanzas, 7,78 g/cm³ a 20 °C, la densidad del aire y la densidad del agua. Mayor información de tablas se encuentra en la NOM-BB-86-1982

- escurrir sobre las paredes.
- Antes de realizar la entrega, limpiar la parte externa de la pipeta con papel absorbente y manteniéndola en posición vertical, ajustar al nivel de la marca (ver lectura del menisco sección 4.7.1).
- Verificar el menisco y esperar que escurra totalmente el líquido.
- La pipeta debe ser mantenida en un plano vertical, de tal manera que el líquido drene libremente bajo la influencia de la gravedad.
- Con la ayuda de un cronómetro, verifique el tiempo de entrega y compárelo contra las especificaciones que el proveedor debe proporcionar.
- Al transferir el agua destilada al matraz, asegurar que la punta esté en contacto con la pared de éste por debajo de donde estará la tapa. Es importante que la pipeta esté en posición vertical.
- Una vez terminada la entrega, tape el matraz inmediatamente, para evitar pérdidas por evaporación. Inmediatamente mida la temperatura del agua al 0,01 ° C más cercano y vuelva a pesar el matraz.
- Lleve a cabo mínimo de 6 a 8 pruebas más, utilizando diferentes matraces.

Puede concluir si se corrobora la verificación de dos formas:

- c) Estimando la incertidumbre de la repetibilidad del proceso para cada punto y comparar si el valor con su incertidumbre asociada, se encuentra en el intervalo formado por la capacidad de la pipeta y su tolerancia. Si el valor verificado se encuentra dentro, se corrobora la especificación del proveedor.
- d) La diferencia de volumen en la repetición de los valores de volumen no debe ser mayor de 0,01 mL, si la diferencia es mayor de 0,01 mL, repita el procedimiento o verifique las especificaciones proporcionadas por el proveedor

Calcule las correcciones de volumen y use el promedio de las pesadas para calcular el volumen de la pipeta.

4.8.3 MATRACES VOLUMÉTRICOS

Para la verificación de los matraces existen dos métodos; el primero que se describe es el más sencillo y común; el segundo implica una mayor fuente de errores por lo que su uso no es recomendable pero puede usarse como método para confirmar la calibración.

- Los matraces con capacidad menor a 100 mL se pesan utilizando una balanza que tenga una exactitud hasta la diezmilésima de gramo y para los matraces con capacidad superior a 100 mL es suficiente pesar hasta la milésima de gramo.

Procedimiento A

- Asegúrese de la limpieza del matraz.
- Utilizar agua destilada a temperatura ambiente (20 °C), u otra que esté determinada al momento de realizar la calibración.
- Pese el matraz con su correspondiente tapa en la balanza correspondiente, de acuerdo a su capacidad. Asegúrese de que el matraz esté perfectamente seco por el exterior y de que no haya agua entre la tapa y el matraz. Registre el peso obtenido.
- Llene el matraz con agua destilada a 2-3 mm sobre la marca de aforo, llene el cuello del matraz con papel filtro y deje reposar una noche para estabilización de temperatura
- Al día siguiente remover el papel filtro y ajustar a la marca, verificando que el resto del cuello del matraz este completamente seco incluyendo la tapa.
- Pese el matraz lleno en la balanza y registre el peso obtenido.
- Inmediatamente mida la temperatura del agua al 0,01 °C más cercano en el matraz y registre el dato obtenido, así mismo mida la presión atmosférica del laboratorio.
- Repita la operación mínimo 3 veces.
- Calcule el peso aparente de agua contenida en el matraz usando las correcciones necesarias igual que para los casos anteriores para obtener el volumen real del matraz.

Puede concluir si se corrobora la verificación de dos formas:

- a) Estimar la incertidumbre de la repetibilidad del proceso y comparar si el valor con su incertidumbre asociada, se encuentra en el intervalo formado por la capacidad del matraz volumétrico y su tolerancia. Si el valor verificado se encuentra dentro, se corrobora la especificación del proveedor.
- b) La diferencia de volumen en la repetición de los valores de volumen no debe ser mayor de 0,01 mL, si la diferencia es mayor de 0,01 mL, repita el procedimiento o verifique las especificaciones proporcionadas por el proveedor.

Procedimiento B

- En este método se utiliza una pipeta calibrada. Por ejemplo si se desea verificar un matraz de 250 mL; se utiliza una pipeta volumétrica de 50 mL para introducir cinco medidas de agua destilada.
- Este procedimiento es igual que para la verificación de las pipetas, salvo que se llena totalmente el matraz aforado hasta obtener el volumen reportado por el matraz.
- Al final el nivel del agua debe estar precisamente tangente a la marca de aforo del matraz, caso en que el volumen es x veces el del volumen calibrado de la pipeta.
- Si el nivel no se encuentra en la marca, se puede fijar la nueva posición de la marca, ignorando el aforo de manufactura. Se obtiene un matraz que guarda una relación integral con la pipeta específica empleada.
- Si se quiere usar la marca de manufactura y el nivel se encuentra por debajo, se emplea una pipeta graduada de 1 mL, con divisiones de 0,01 mL, para hacer un ajuste final. El volumen del matraz, es la suma de los volúmenes de las pipetas volumétrica y graduada.
- Si el nivel queda sobre la marca, hay que sacar un poco de agua. Usar la pipeta graduada, con una cantidad de agua conocida, retire un poco más del agua necesaria, ajuste al nivel de aforo.
- La pipeta graduada contiene más de lo que contenía al principio, esta cantidad adicional se resta del volumen total añadido con la pipeta volumétrica.

Puede concluir si se corrobora la verificación de dos formas:

- a) Estimar la incertidumbre de la repetibilidad del proceso y comparar si el valor con su incertidumbre asociada, se encuentra en el intervalo formado por la capacidad del matraz volumétrico y su tolerancia. Si el valor verificado se encuentra dentro, se corrobora la especificación del proveedor.
- b) La diferencia de volumen en la repetición de los valores de volumen no debe ser mayor de 0,01 mL, si la diferencia es mayor de 0,01 mL, repita el procedimiento o verifique las especificaciones proporcionadas por el proveedor

Se hacen las correcciones necesarias de volumen igual que en los casos anteriores.

5 MATERIALES DE REFERENCIA

En un laboratorio de análisis químico, siempre los usuarios tratan de incrementar el nivel de confianza de sus resultados analíticos y las diversas maneras en que esto se logra es empleando los siguientes mecanismos:

- Analizar submuestras del mismo material homogéneo bajo diferentes condiciones, pero usando el mismo instrumento.
- Las condiciones seleccionadas deberán arrojar los mismos resultados.
- Determinar la recuperación de cantidades conocidas de algún analito agregado a la disolución de la muestra.
 - o No es totalmente confiable, debido a que algunos elementos, cuando son agregados como disoluciones, se comportan de manera diferente a aquella en la que están presentes de forma natural en la matriz de la muestra, debido a que se encuentran en formas químicas diferentes.
- Analizar submuestras del mismo material por dos o más métodos independientes que difieran tanto a nivel teórico como experimental. Los resultados deben coincidir.
 - o Desventaja: Si los resultados no coinciden, ¿Cuál de ellos es el correcto? ó, ¿Son los dos erróneos? El analizar muestras por dos o más métodos incrementa el tiempo y costo de los servicios analíticos.
- Muchos laboratorios evalúan la exactitud de sus resultados analíticos mediante el uso de Materiales de Referencia Certificados (MRC).

Un sistema de medición de base exacta requiere:

- un método analítico validado para dar resultados confiables
- un MRC de la misma matriz, certificado para los elementos o compuestos a determinar.

En química los materiales de referencia son los patrones de comparación empleados para todas las mediciones de cuantificación, de validación de métodos y calibración de instrumentos.

¿Qué es un material de referencia certificado (MRC)? Y ¿Para que sirve?

Material de referencia acompañado de un certificado, para el cual el valor de una (o de varias) de sus propiedades se ha certificado por medio de un procedimiento que establece su trazabilidad a una realización exacta de la unidad en que se expresan los valores de la propiedad y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel de confianza declarado.

Tales propiedades permiten su uso en el proceso de validación de un método, la calibración de un instrumento, para establecer la trazabilidad de los valores resultado de métodos de medición, asegurar la calidad en sistemas de medición (aseguramiento y control de calidad), evaluar desempeño de medición de laboratorios y caracterizar otros materiales o sustancias.

En mediciones químicas esta definición corresponde a la descripción de una disolución o sustancia, en la cual se encuentra caracterizado uno o más analitos por métodos analíticos validados, por un organismo técnicamente competente.

Este tipo de materiales deben ser utilizados para trabajo de laboratorio rutinario en el aseguramiento y control de calidad, son útiles en verificaciones ocasionales para la determinación, mantenimiento y mejoramiento de la exactitud del método. Se pueden usar como referencia para comparaciones interlaboratorio o evaluar el desempeño analítico de un analista para llevar a cabo un análisis determinado.

5.1 DIVERSAS CLASIFICACIONES DE MRC

A) Existen tres tipos de MRC, en base a su aplicación:

Composición química
Propiedades Físicas
Materiales de Ingeniería

En esta sección solo nos enfocaremos a aquellos que son de aplicación en composición química.

B) Hay tres tipos básicos de MRC que se usan en mediciones químicas, en base a su composición química y a su matriz:

Sustancias puras

Una sustancia pura es nominalmente, un material de referencia consistente en una entidad simple. Estos materiales de referencia se usan típicamente para preparar disoluciones de referencia y asignar valores a materiales de referencia de matriz natural.

Ejemplo: materiales puros

Disoluciones calibrantes

Una disolución calibrante es un MRC preparado como una mezcla de un solvente (diluyente) con uno o más materiales de composición química establecida. Estos MRC pueden ser usados como el proveedor los provee o a través de hacer diluciones seriales del mismo por el usuario.

Materiales de matriz natural

Un material de matriz natural es un material de composición similar a muestras reales que contiene una o más entidades químicas caracterizadas. Los MRC de matriz natural son materiales naturales típicamente homogeneizados con entidades presentes de interés para medir a niveles endógenos (normalmente encontrados en una muestra natural), a niveles mayores de los endógenos o con

analitos adicionados de manera sintética¹¹.

C) Otra clasificación de los MRC en base a su forma y aplicación Instrumental.

Líquidos: disoluciones espectrométricas elementales, de sacarosa líquida (medición grados Brix).

Sólidos: los MRC se emiten en forma apropiada para el método de análisis, de esta forma tenemos que para la misma composición de un acero, los MRC se encuentran en diferentes presentaciones en forma sólida

Metales: aleaciones, metales de alta pureza (discos, barras, rebabas)

Polvos: de matriz natural, leche en polvo, cereales

Gránulos: sales, sacarosa sólida para calibración de HPLC

Gases: gases de alta pureza, mezclas de gases

Características que deben cubrir los MR:

- Deben tener consistencia en composición de acuerdo a su uso.
- Deben ser homogéneos.
- Deben tener estabilidad en los valores de las propiedades durante su almacenamiento

5.2 TRAZABILIDAD AL SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES

La trazabilidad del resultado de una medición está relacionada con la diseminación de la unidad correspondiente a la magnitud que se mide. La expresión del valor de una magnitud incluye la referencia a una unidad de medida, la cual ha sido elegida por acuerdo, y por tanto, las medidas de la misma magnitud deben estar referidas a la misma unidad. Aún cuando la definición de trazabilidad no impone limitaciones sobre la naturaleza de las referencias determinadas, es conveniente lograr la uniformidad universal de las mismas mediante el uso de las unidades del Sistema Internacional de Unidades, SI, las cuales ya han sido convenidas en el marco de la Convención del Metro. En México, es obligatorio el uso del Sistema General de Unidades, el cual contiene a las unidades del SI¹².

Los elementos de la trazabilidad en este tipo de mediciones son:

- a. El resultado de la medición cuyo valor es trazable. (La trazabilidad es hacia el SI, mediante los valores de los MRC con su incertidumbre)
- b. Las referencias determinadas a patrones nacionales o internacionales. (Los valores de los patrones de trabajo deben ser trazables a valores de los MRC nacionales o internacionales)

¹¹ NIST Special Publication 1012, Sep. 2004

¹² ema. Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en las mediciones analíticas que emplean las técnicas de espectrofotometría de absorción atómica y de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente. 2004

- c. Cadena ininterrumpida de comparaciones. (Contar con una carta de trazabilidad o esquema en que se evidencie la utilización de MRC trazables al SI)
- d. El valor de la incertidumbre de las mediciones en cada comparación. (La carta de trazabilidad debe contar con los valores y las incertidumbres estimadas en cada comparación)
- e. La referencia al procedimiento de calibración o método de medición química en cada comparación preferentemente.
- f. La referencia al organismo responsable de la calibración, de la certificación del material de referencia, de la realización del método de referencia, o del Sistema de medición de referencia, en cada comparación.

Existen algunos mensurandos definidos por mediciones dependientes del método de medición, en tales casos la trazabilidad del valor del resultado esta establecida al método, por medio de la utilización de MRC en la etapa de cuantificación y trazabilidad al SI de cada una de las magnitudes que intervienen en el cálculo del valor del mensurando.

En el siguiente diagrama se muestra el diagrama general flexible de trazabilidad en mediciones analíticas, donde se muestra como se establece la trazabilidad, empleando MRC y métodos de medición.

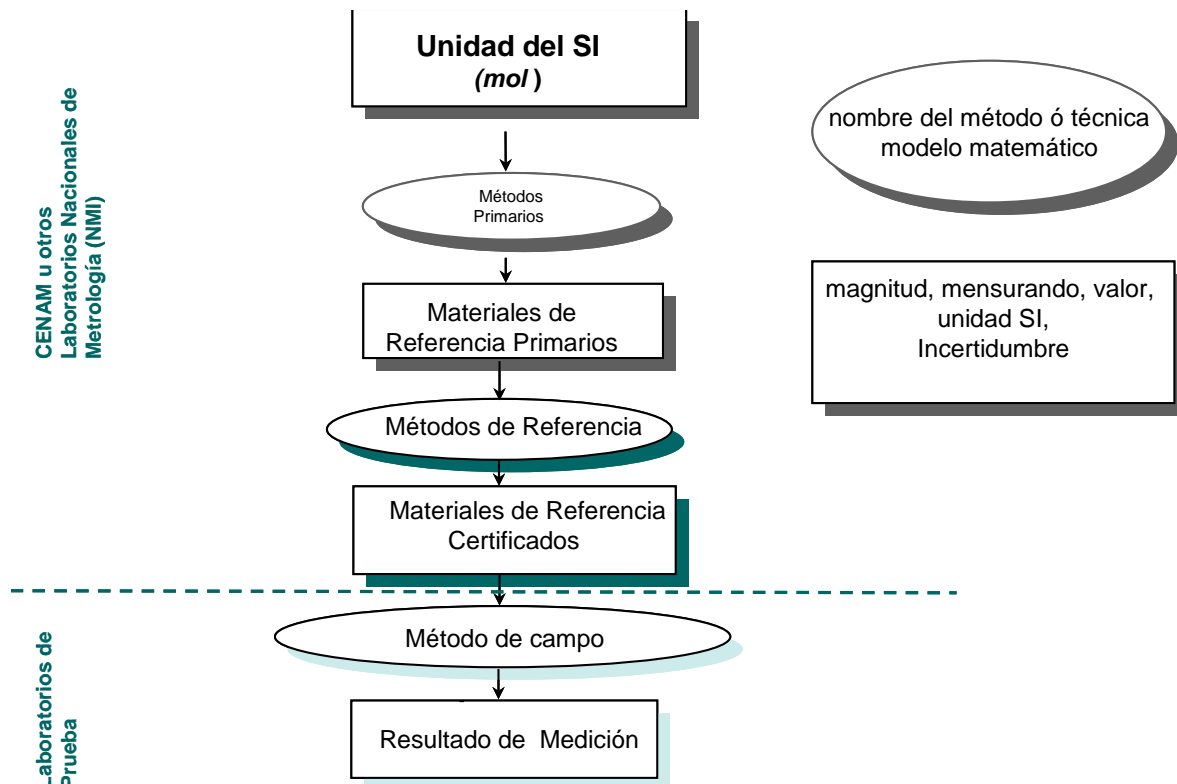


Fig. 3. Diagrama general flexible de trazabilidad en mediciones analíticas

En el esquema anterior, la función de cada componente es transferir exactitud al nivel inmediato inferior, esto ayuda a asegurar la comparabilidad de las mediciones. Si se procede la relación al nivel inmediato superior (de abajo hacia arriba), los requerimientos de exactitud se incrementan a expensas de disminuir la eficiencia de medición. Los métodos localizados en la parte superior, son llamados métodos potencialmente a ser métodos primarios, pruebas con las cuales se obtienen los valores más exactos de medición, comparables con los métodos de la parte inferior del esquema.

De acuerdo con el Comité Consultivo de Cantidad de Sustancia- Metrología en Química, la definición de método primario es:

Un método primario de medición en el SI es un método que tiene la más alta calidad metrológica, cuyo modelo (ecuación matemática) y realización se describen y se entienden completamente en términos de las unidades del SI.

El uso de un método primario directo da el valor desconocido de una magnitud sin referencia a un patrón de la misma magnitud.

El uso de un método primario relativo da el valor de un cociente de dos valores de la misma magnitud sin referencia a un patrón de la misma magnitud.

En ambos casos, los resultados deben ser acompañados por una declaración completa de incertidumbre

La demostración esquemática de la trazabilidad a través de las cartas de trazabilidad de un método de medición, se muestra en el diagrama general flexible de trazabilidad en mediciones analíticas de la figura 3 en el cual se muestra en los rectángulos: los MRC, la magnitud, los mensurandos, las unidades, la incertidumbre de medición y en los óvalos: los métodos de medición ó técnica empleada y modelo matemático. Adicionalmente, también es necesario tener las referencias a las calibraciones de los instrumentos de medición (de magnitudes físicas) empleados y que son críticos en el proceso de medición, la identificación del organismo responsable de cada calibración, basadas en los certificados o dictámenes de calibración, y de sus MRC y una tabla donde se especifiquen los analitos cubiertos por el método de ensayo.

Los productores de los MR, pueden no certificar el material, ya que la certificación corresponde a un organismo certificador técnicamente competente, pero pueden ser evaluados a partir de un material de referencia primario o certificado. Algunas veces pueden tener las mismas características y composición que los MR primarios pero estos no están certificados. Su uso lo establece el laboratorio para las evaluaciones de control de calidad que incluye la elaboración de cartas de control, validación de métodos analíticos o verificación de curvas patrón.

5.3 USO DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA

En general, como ya se mencionó, los objetivos del uso de los materiales de referencia van enfocados a asegurar la calidad de las mediciones analíticas en los laboratorios analíticos dedicados a mediciones químicas analíticas, por lo que su uso puede ser clasificado como a continuación se describe:

a) Desarrollo y evaluación de métodos de medición analítica:

- Verificación y evaluación de la precisión y exactitud de los métodos de prueba analíticos, así como de los datos experimentales.
- Desarrollo de métodos de prueba analíticos de referencia.
- Evaluación de métodos de campo analíticos.
- Validación de métodos analíticos para uso específico.

b) Establecimiento de la trazabilidad de las mediciones analíticas:

- Desarrollo de un material de referencia secundario.
- Desarrollo de protocolos de trazabilidad.
- Uso directo de campo

c) Aseguramiento y control de calidad de las mediciones analíticas:

- Calibración de instrumentos analíticos, de acuerdo a la metodología a emplear.
- Aseguramiento de la calidad interna (Intralaboratorio).
- Aseguramiento de la calidad externa (Interlaboratorio).

Ejemplos de usos de los materiales de referencia:

- Se emplean en los programas de evaluación de los analistas, con la finalidad de evaluar el desempeño de un analista al ejecutar el procedimiento de un método analítico antes de realizar mediciones rutinarias.
- Con el propósito de certificar los procedimientos de caracterización y ejecutar confiablemente sus pruebas, se selecciona el material de referencia certificado correspondiente a la muestra que se analizará, efectúa las pruebas analizando simultáneamente la muestra y el material de referencia, que en este caso se le denomina "material de referencia de control" y posteriormente evalúa los resultados obtenidos con respecto a los valores certificados del MRC utilizado.
- Los materiales de referencia se emplean en las pruebas de intercomparación de laboratorios, para evaluar el nivel de desempeño de los laboratorios participantes, los cuales se llevan a

cabo para validar y certificar nuevos métodos analíticos, evaluar el desempeño analítico de los laboratorios, desarrollar laboratorios con un buen aseguramiento de calidad, certificar un material de referencia, etc.

- Los materiales de referencia se emplean en la calibración del equipo de análisis a utilizar o verificar el desempeño analítico del equipo, para conocer si se encuentra en óptimas condiciones de trabajo, por ejemplo: en la calibración de la escala de pH, en la verificación o validación de las nuevas técnicas analíticas desarrolladas, en cualquier equipo instrumental analítico al cual se le pueden determinar parámetros tales como, longitud de onda, absorbancia, resolución, sensibilidad o amplificación.

5.4 CONSIDERACIONES PARA SELECCIONAR UN MATERIAL DE REFERENCIA

Cuando se realiza una determinación analítica se debe de tener siempre en cuenta la selección adecuada del material de referencia a emplear, ya que de esto dependerá en mucho la exactitud de los resultados y por lo tanto la calidad, por esto en la selección de un material de referencia deben tomarse en cuenta las siguientes consideraciones:

- Similitud entre la matriz del MRC con la de la muestra.
- Similitud de la concentración del componente a analizar en el MRC con el componente de la muestra.
- Incertidumbre de las concentraciones certificadas sea compatible con las que la requerida para el enfoque de su uso.
- La técnica analítica a utilizar, por ejemplo si se utiliza Espectrometría de Fluorescencia de rayos X, requiere una serie de materiales de referencia en forma de barra para obtener una curva de calibración, los materiales de referencia deben tener matriz similar a la de la muestra a analizar, para obtener resultados aceptables.
- El estado físico del material de referencia gas, líquido, sólido, debe ser similar al de la muestra.

La similitud de las matrices es la consideración principal en la elección de un material de referencia puesto que una matriz diferente a la requerida, ocasionará interferencias que pueden no estar presentes en la muestra a analizar y esto llevaría a una determinación errónea. Es posible emplear materiales de referencia con matrices no siempre similares, esto es a juicio y experiencia del analista, el cual debe tener conocimiento previo de las interferencias que puedan existir durante el proceso de la determinación analítica y también conocimiento de como evitar que interfieran en el resultado.

Debido a que en algunos casos es prácticamente imposible encontrar un material de referencia que se

ajuste exactamente a la composición de las muestras a analizar, el juicio profesional y la experiencia del analista son fundamentales en la selección del material de referencia más apropiado. A pesar de estas limitaciones, se considera que el uso de materiales de referencia es una de las mejores comparaciones para conferir exactitud a las mediciones.

Sin embargo, la mayoría de los materiales de referencia han sido desarrollados como resultado de las necesidades existentes en los laboratorios de los países que los fabrican y se ha puesto énfasis en proporcionar matrices que son típicas o que pueden satisfacer propósitos genéricos en un país. De aquí radica la importancia que tiene el desarrollo de los materiales de referencia requeridos para las necesidades de los laboratorios del país, con la finalidad de responder a las necesidades específicas de los laboratorios que realizan mediciones analíticas confiables.

5.5 CONTROL DE LOS MR

Los materiales de referencia (certificados o no) utilizados para análisis químicos, son uno de los componentes del sistema analítico que necesitan control dentro de un programa de aseguramiento de calidad. A continuación se citan los principales cuidados que deben tenerse en el manejo de los MRC:

- Los materiales de referencia se deben manejar con sumo cuidado. Cada MRC, debe contar con un procedimiento de uso, el cual debe seguirse al pie de la letra, con la finalidad de que su uso sea confiable.
- Nunca se debe regresar un material al recipiente que lo contiene, considerarlo como un residuo.
- Considerar las condiciones especiales de almacenamiento, para cada uno de los diferentes tipos de materiales de referencia, que pueden ser bajas temperaturas o atmósfera inerte, para conservar las propiedades originales del material.
- Se debe establecer una libreta de control para el uso del material de referencia primario en el cual se deberá anotar el nombre del material, peso inicial, pureza y procedencia.
- Cada que se utilice el material de referencia se debe registrar la cantidad tomada, el nombre del analista, la fecha y el resto del material existente.
- Considerar su tiempo de vida (fecha de caducidad) ya que una vez caduco, pierde sus características certificadas.

6. BALANZAS

6.1 ASPECTOS GENERALES

El instrumento estándar moderno es la balanza electrónica, ésta posee menor número de fallas mecánicas y una menor sensibilidad a las vibraciones.

Debido a la sensibilidad de éstas, deberán de encontrarse en condiciones adecuadas para su funcionamiento, razón por la cual, el lugar destinado a albergarlas debe cumplir con los siguientes requerimientos:

- Las balanzas deben estar colocadas en una habitación que esté expuesta a la menor cantidad de vibraciones con un solo acceso y el mínimo número de ventanas.¹³
- La temperatura ambiente debe mantenerse con un intervalo de variación pequeño.
- La humedad relativa debe oscilar entre 40 a 60 %.
- Evitar la radiación solar directa.
- No colocar las balanzas cerca de acondicionadores de aire o aparatos con ventiladores.
- No colocar las balanzas al lado de una puerta.
- No se debe pesar cerca de radiadores.
- Las balanzas deben estar colocadas sobre una mesa libre de vibraciones y protegida contra la electricidad estática (no debe tener plástico ni vidrio).
- La mesa utilizada debe quedar reservada únicamente para la balanza.

Al utilizar una balanza se deben de cuidar varios aspectos:

- Verificar que la burbuja de nivel de la balanza se encuentre centrada
- Que la balanza se encuentre limpia.
- Se debe de realizar la autocalibración interna diaria (para balanzas que cuenten con este

¹³ Se deben dejar las esquinas de la habitación libres para la mesa de pesar, las cuales constituyen los lugares más rígidos de un edificio con las menores vibraciones.

-
- dispositivo) y una verificación con la pesa del 50 % y 100 % de la capacidad de la balanza.
- Al emplear las balanzas se debe procurar cerrar lentamente las puertas de corta aire, ya que los movimientos bruscos pueden causar desajustes, sobre todo en las microbalanzas.
 - La frecuencia con la que éstas se deberán calibrar dependerá de la frecuencia de uso.
 - Se debe realizar un programa de mantenimiento de las balanzas el cual deberá de ser diseñado de acuerdo al uso de las mismas en el laboratorio.
 - La balanza al igual que todos los equipos instrumentales del laboratorio deberán de contar con una bitácora en la que se anoten las calibraciones realizadas, mantenimiento y toda aquella información relacionada con el equipo, así mismo deberá de contar con información sobre el modelo del equipo, marca, número de serie, fecha de adquisición, etc.

6.2. DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE ESTABILIZACIÓN.

Para realizar la determinación de masa es necesario saber en que momento se debe tomar la lectura que proporciona la balanza, para lo cual se hace necesario determinar el tiempo de estabilización de la misma.

Para llevar a cabo este procedimiento se requiere de un juego de pesas. Así como cubrir los puntos mencionados en el apartado 6.1.

- Se enciende la balanza, se deja que transcurra un tiempo no menor a 30 minutos para que se estabilice.
- Si la balanza está provista de calibración interna, llevarla a cabo; no sin antes dar auto cero.
- Colocar en la balanza, una pesa del 50 % para que el mecanismo de la balanza despegue, y dejarla unos minutos, retirarla del receptor de carga.
- Colocar una pesa lo más cercana a los valores de las masas a pesar y con cronómetro, contar el tiempo que transcurra desde que la pesa es puesta en el receptor de carga hasta que el símbolo de inestabilidad desaparece de la pantalla de la balanza, y tomar un segundo tiempo hasta ver que la lectura en la pantalla de la balanza es estable.
- Repetir lo anterior por lo menos 6 veces y de los primeros tiempo tomar el mayor, y multiplicar por 2, siendo éste tiempo el de estabilización de la balanza; promediar los segundos tiempos y el resultado debe quedar dentro del intervalo del tiempo descrito como de estabilización de la balanza, para asegurar la estabilización de la balanza.

6.3 VERIFICACIÓN COTIDIANA DE LA BALANZA.

En este método se verifica la balanza de manera cotidiana para laboratorios que realizan trabajo rutinario, como buena práctica de laboratorio. Sin embargo, la calibración de la balanza con un organismo certificador no debe ser ignorada por el usuario.

Para realizar la verificación se comparará contra los valores de incertidumbre de las pesas patrón usadas en la verificación cotidiana. Es aplicable otro criterio de aceptación de verificación de la balanza diferente al mostrado en esta sección, el cual se puede consultar en la publicación técnica de Buenas prácticas de pesado para metrología en química en donde la información se encuentra detallada¹⁴.

Para llevar a cabo este procedimiento se requiere de un juego de pesas. Así como cubrir los puntos mencionados en el apartado 6.1.

- Se enciende la balanza, se deja que transcurra un tiempo no menor a 30 minutos para que se estabilice.
- Si la balanza está provista de calibración interna, llevarla a cabo; no sin antes dar auto cero.
- Tomar la lectura de la deriva d_1 (es la lectura de la balanza antes y después de pesar un objeto) una vez que la calibración finalizó (no necesariamente se obtienen ceros).
- Se coloca en el receptor de carga la pesa elegida, tomándose la lectura que proporcione la balanza en el tiempo determinado como de estabilización.
- Retirar la pesa del plato de pesada.
- Tomar la lectura de la deriva d_2 al tiempo de estabilización.
- Realizar los pasos anteriores en tres ocasiones.
- Realizar la determinación de la masa del material problema considerando el tiempo de estabilización de la balanza, para la lectura de la su masa y para la deriva.
- Repetir la pesada de la pesa patrón tres veces una vez que se ha terminado la serie de pesadas de los materiales.

14. Para mayor detalle del proceso de pesado consultar la publicación técnica No. CNM-MRD-PT-035 Buenas prácticas de pesado para metrología en química

$$m = m - \bar{d}$$

Donde

m corresponde a la lectura de la balanza para la pesa patrón en el tiempo de estabilización.
 \bar{d} promedio de las derivas d_1 antes de introducir la pesa patrón y después de desalojar de la balanza la pesa deriva d_2 .

Si la diferencia entre los promedios del valor de la pesa patrón al inicio y al final se encuentra dentro del intervalo de incertidumbre reportado en el certificado de calibración de las mismas, la medición de masa de la serie pesada se da por válida. Entre la pesada inicial y final de la pesa patrón se puede pesar tantas muestras como sean requeridas.

Se recomienda realizar cartas de control para ver el comportamiento de la balanza. Graficando la masa de la pesa o pesas patrón utilizadas para verificación cotidiana de la balanza contra los pesos proporcionados en el certificado de calibración.

6.4 TIPOS DE PESADA

El método de pesada depende en parte de las balanzas y masas disponibles, de los requerimientos del trabajo y en parte de la experiencia de la persona que ejecuta la prueba. Hay 3 métodos de pesaje:

6.4.1 PESADO DIRECTO

Este método se usa para colocar directamente el objeto sobre el platillo de la balanza, cuando no se necesita ninguna protección de este último.

- Ajustar la balanza a cero, colocar el objeto a pesar sobre el platillo.
- Es necesario no manipular los objetos directamente con los dedos, se deben utilizar pinzas o guantes de material plástico para evitar contaminar los materiales con la grasa de las manos.

6.4.2 PESADO POR AGREGADO

- Pesar un pesafiltros o el recipiente en el cual se va a pesar, luego se añade la cantidad deseada de muestra y el aumento de la pesada corresponde al peso de la muestra.
- Utilizar una cucharilla redondeada, para evitar que se tiren los materiales que se resbalan fácilmente de las superficies lisas, como las de las espátulas planas.

6.4.3 PESADO POR DIFERENCIA

Es muy útil cuando se quieren pesar varias muestras de cantidades similares. Es la mejor forma de pesada cuando es necesario proteger la muestra de una exposición excesiva a la atmósfera, como cuando el material es higroscópico.

- Se utiliza un pesafiltros con tapa que contenga suficiente material para todas las muestras que se van a pesar.
- Pesar exactamente el pesafiltros con su contenido en la balanza analítica.
- Transferir la muestra al primer matraz receptor.
- El pesafiltros tapado se vuelve a pesar, para ver cuanto se ha transferido realmente.
- Una vez que se logra un tamaño de muestra satisfactorio se pesan las demás.
- Para cada muestra, el peso final de la pesada del pesafiltros pasa a ser el peso inicial para la muestra siguiente.

6.5. PESADO DE MUESTRAS LÍQUIDAS

Las muestras líquidas pueden pesarse por adición o por diferencia.

- Las muestras líquidas se pesan en recipientes cerrados para evitar evaporación.
- Es necesario determinar el tiempo de estabilización de la balanza para muestras líquidas, ya que será diferente al tiempo de estabilización de la balanza calculado para muestras sólidas.
- Si es posible las muestras líquidas son pesadas en jeringas, siempre y cuando este material sea previamente lavado como se indica en 4.4.5.

6.6. CALIBRACIÓN

La frecuencia de calibración estará definida por el usuario previa demostración de que la balanza se encuentra en condiciones óptimas de trabajo en el lapso de tiempo establecido. Para calibrar balanzas es necesario tener un grupo de pesas de referencia, que sean trazables a un patrón nacional. Para las balanzas de uso cotidiano en el laboratorio se recomienda contar con un grupo de pesas F_1 de acuerdo a la clasificación de OIML¹⁵ y de ser posible contar con un grupo de pesas E_2 u otro que sirva de respaldo pero que no sea el grupo de pesas de trabajo.

¹⁵ Organización Internacional de Metrología Legal.

6.6.1 CUIDADOS GENERALES EN EL USO DE LAS PESAS PATRÓN.

- Calibrar las pesas en un laboratorio primario (CENAM, NIST, etc.) o en uno secundario debidamente acreditado y con trazabilidad comprobada.
- Manipular las pesas con pinzas o guantes, nunca con las manos ya que al contacto con la grasa de los dedos, estas pueden sufrir alteraciones del peso nominal para el que fueron diseñadas y deterioran la composición de las masas.
- No permitir que éstas sufran caídas, ya que las caídas deterioran la masa y afectan el valor para el cual fueron diseñadas.
- Limpiarlas con acetona o etanol cuando por accidente estén en contacto con las manos, así como cuando la acumulación de polvo o suciedad sea considerable.
- Deben almacenarse en las cajas diseñadas para las mismas a una temperatura controlada y protegidas del polvo del medio.

7. TERMÓMETROS

La inmersión de termómetros de líquido en vidrio se establece en el momento de diseñar o construir este tipo de termómetros. Se conocen tres tipos de diseño de acuerdo a su profundidad de inmersión (ver figura 4):

- **Termómetros de inmersión total**
Están diseñados para indicar correctamente valores de temperatura cuando el bulbo y toda la columna del líquido se sumergen en el medio donde se requiere determinar la temperatura.
- **Termómetro de inmersión parcial**
Indica correctamente valores de temperatura cuando el bulbo y una porción especificada del capilar son sumergidos en el medio. La línea de inmersión nos indica precisamente la profundidad de inmersión de estos termómetros. La parte de la columna no expuesta a la temperatura que se desea medir se conoce como columna emergente.
- **Los termómetros de inmersión completa**
Se usan completamente sumergidos en el fluido. Su aplicación no esta muy generalizada.

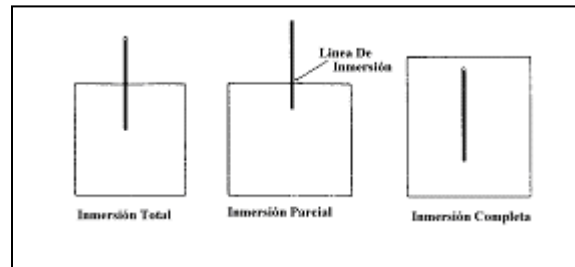


Fig. 4 Tipos de termómetros.

Para mediciones de gran exactitud lo mejor es utilizar termómetros de inmersión total.

7.1 CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS

Existen dos métodos para hacer calibraciones de termómetros de líquido en vidrio.

1. Por comparación.

En este método se utilizan un termómetro patrón (de resistencia de platino) para la comparación del termómetro a calibrar.

2. Por puntos fijos.

Estas calibraciones están basadas en la utilización de puntos de referencia de diferentes sustancias (puntos triples de algunas sustancias puras, uno de ellos es el punto triple del agua).

En el caso de un termómetro de resistencia de platino y de los termómetros patrón de mercurio se realizará la calibración en una institución oficial como es el caso de CENAM.

7.2 CUIDADOS EN EL MANEJO DE LOS TERMÓMETROS DE MERCURIO

Los termómetros de líquido en vidrio son instrumentos frágiles y por lo tanto, deben usarse con cuidado para evitar romperlos. A continuación se hacen algunas recomendaciones en su uso.

- Evitar choques de los termómetros.
- Transportarlos cuidadosamente utilizando papel o seda para amortiguar los golpes, inmediatamente después introducirlos en una caja de cartón o madera.

-
- Mantenerlos en posición vertical cuando no se estén usando, debido a que el mercurio tiende a separarse y varían las lecturas del termómetro.
 - Verificar que no se oxide el mercurio. Se detecta cuando éste tiende a obscurecerse, pero como es casi imperceptible se debe observar con un microscopio óptico.
 - No exponerlo a los rayos solares.
 - No usarlo más allá de la temperatura que está especificada en la escala.
 - Evitar su uso cuando la graduación sea deficiente.
 - Evitar el error de paralaje al hacer la lectura, ésta debe hacerse colocando el termómetro vertical y perpendicularmente a la vista.
 - Se debe verificar después de cada calibración el punto crioscópico (0 °C) mediante un baño de hielo.

8.1 CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE pH

La acidez y la alcalinidad son parámetros que deben ser apropiadamente medidos y controlados tanto en los procesos industriales como en los de investigación.

Muchos aspectos deben de considerarse pero principalmente la calibración del sistema de medición. Ésta se lleva a cabo utilizando disoluciones amortiguadoras de pH certificadas. A continuación se describen algunos pasos generales en el proceso de calibración del sistema de medición de pH.

- Elija dos puntos de pH, entre los cuales se encuentre el pH de la muestra que se va a medir, de tal manera que la muestra quede en un punto intermedio de los dos puntos de pH empleados en la calibración, de tal manera que este sea un intervalo pequeño (aprox. 3 unidades de pH de diferencia entre uno y otro). Por ejemplo si se tiene una muestra con un pH de 5 se deberá de tomar una disolución amortiguadora de $\text{pH} \approx 4$ y otra $\text{pH} \approx 7$ y con éstas calibrar el sistema de medición; de esta manera el pH determinado en la muestra quedará en un punto intermedio y se evitará que la determinación se realice en las zonas de desviación de la linealidad.
- Verifique que la temperatura de las disoluciones amortiguadoras y de la disolución a la cual se le va a determinar el pH sea la misma.
- Ajuste el control de temperatura a la temperatura de trabajo. Si esto no es posible, determine la temperatura a la cual se realizó la calibración y en base a esto realice las correcciones que sean necesarias, sin embargo, recuerde que las correcciones son meramente aproximaciones e

incrementan sensiblemente la incertidumbre.

- Enjuague siempre el electrodo antes de realizar cualquier medición, utilice agua destilada y retire el exceso; si es posible, enjuáguelo también con un poco de la muestra que se va a medir.
- Ajuste el control de calibración del instrumento hasta que la lectura de pH concuerde exactamente con el pH de la primera disolución amortiguadora certificada.
- Enjuague el electrodo, colóquelo en la disolución amortiguadora de pH mayor. La lectura obtenida debe ser exactamente la indicada en la disolución amortiguadora, si no es así, ajustar la lectura utilizando el control "slope".
- Enjuagar nuevamente el electrodo. Inmediatamente mida el pH de la muestra.
- Cada vez que se haga una medición de pH se debe realizar el mismo procedimiento de calibración.
- Si la calibración es reciente (mismo día) y la siguiente determinación de pH está dentro del intervalo calibrado, puede únicamente verificarse el equipo con una disolución de pH conocido. Si la lectura es correcta, el sistema puede seguir siendo empleado, si la lectura es incorrecta, deberá calibrarse nuevamente.
- Cuando no se use el electrodo se debe mantener sumergido en la solución que el fabricante del electrodo recomiende, (regularmente disolución amortiguadora de pH = 4).
- Revisar constantemente que la disolución saturada y los cristales de cloruro de potasio (KCl) en el electrodo de vidrio, siempre estén al nivel indicado.
- Evitar que las disoluciones amortiguadoras de referencia se contaminen, así como la disolución en que se encuentra sumergido el electrodo.

8.2 MEDIDORES DE CONDUCTIVIDAD ELECTROLÍTICA

La cantidad total de iones presentes en una disolución se determina por medio de la conductividad electrolítica. Para determinarla, se utilizan conductímetros o medidores de resistencia eléctrica. Estos instrumentos se calibran contra una disolución de KCl o NaCl con un valor de conductividad electrolítica certificado (Materiales de Referencia Certificados). El valor de conductividad electrolítica de estas disoluciones debe estar de acuerdo al intervalo de conductividad en que se esté midiendo. La información detallada para la calibración debe ser proporcionada por el proveedor del instrumento. A continuación se listan algunas sugerencias.

-
- Verificar que la temperatura de la disolución patrón sea la misma que la temperatura de la muestra.
 - Enjuagar siempre la celda de conductividad antes de realizar cualquier medición, utilizando de preferencia agua Tipo 1.
 - Ajustar el control de calibración (constante de celda) hasta que la lectura del instrumento sea la misma que el valor de la conductividad electrolítica de la disolución certificada.
 - Antes de realizar la determinación de conductividad electrolítica, enjuagar la celda y secarla, antes de introducirla a la disolución que se va a medir.
 - La frecuencia de calibración del instrumento varía de acuerdo a su frecuencia de uso. Se recomienda calibrarlo al menos una vez al día si su uso es frecuente.
 - Corrobore si el medidor dispone de corrección automática de temperatura, y si es así verifique que el coeficiente de corrección sea el adecuado para la muestra que está midiendo. En caso de que no lo sea, desactive la corrección automática por temperatura.

9. PREPARACIÓN DE MUESTRA

La preparación de muestra juega un papel muy importante en el proceso de medición analítica, ya que de los cuidados que se tengan durante esta parte del proceso de medición, dependerán los resultados.

9.1 FACTORES QUE AFECTAN LA PREPARACIÓN DE UNA MUESTRA Y SUS CUIDADOS.

Los factores que afectan la preparación de una muestra en forma global son los siguientes:

1. Medio ambiente, espacio físico y servicios, temperatura, presión, humedad relativa.
2. Reactivos químicos
Calidad del agua
3. Equipos utilizados durante la preparación
Balanzas, molinos, medidores de pH, muflas y hornos.
4. Material utilizado en la preparación
Clasificación y limpieza del material de vidrio.
5. Analista.

6. Selección adecuada de la técnica de preparación a emplear.

Todos estos factores ya fueron revisados en los capítulos anteriores en este manual, en esta sección se verá el punto 6.

Dentro de las múltiples técnicas que existen de preparación de muestra se tienen las siguientes:

- Dilución de muestra, cuando la muestra se encuentra en estado líquido.
- Disolución, la cual puede ser con agua, algún tipo de solvente o cualquier sustancia líquida que permita disolver la muestra.
- Digestión ácida en plato caliente.
- Digestión alcalina en plato caliente.
- Digestión de la muestra por microondas.
- Extracciones con solventes.
- Fusión ácida ó básica.
- Calcinación.

Los reactivos comúnmente utilizados en un proceso de preparación de muestra son:

HNO_3 , HCl , H_2SO_4 , HF , H_2O_2 y HClO_4

Algunos reactivos son empleados en la digestión de muestras de matriz compleja, esto permite elevar la capacidad oxidativa.

HNO_3 - HClO_4

HNO_3 - H_2SO_4 - HClO_4

HF - HClO_4

HNO_3 - HCl

HNO_3 - HF

HNO_3 - H_2O_2

- Estos reactivos deben ser seleccionados de acuerdo a su pureza, si se está trabajando en intervalos de determinaciones de porcentaje a miligramos por litro, el grado reactivo son recomendables, pero si se va a realizar una determinación a nivel trazas elementales, debe escogerse un reactivo alta pureza. Se sugiere revisar el contenido de impurezas que tiene el reactivo a emplear.

- Se recomienda verificar las propiedades del analito a analizar, como por ejemplo la volatilidad, antes de ser sometido al proceso de preparación de muestra para poder elegir el mejor método y evitar pérdidas por evaporación o volatilización, etc. A continuación se presentan dos tablas, las cuales presentan que elementos pueden ser perdidos durante el proceso de digestión y de fusión (tablas 9.1. y 9.2.).

Tabla. 9.1. Elementos perdidos en digestiones ácidas.

Elemento volátil	Bajo condiciones de oxidación	Como compuesto con los halógenos		Bajo condiciones reductoras
Hg	Cr	As	Sn	Se
	Os	B	Te	Te
	Rh	Cr	Ti	
	Ru	Ge	Zn	
		Pb	Zr	
		Si		

Tabla 9.2. Elementos perdidos en la calcinación a 600 °C

Ag	As	Au	Be	Cd	Co	Cs
Cu	Fe	Ge	Hg	Ir	K	Li
Na	Ni	Pb	Pd	Pt	Rb	Rh
Sb	Se	Sn	Tl			

- Existen otras técnicas dentro de la preparación de muestras como la filtración, separación de fases, precipitación, evaporación, etc., a continuación se describen los cuidados que se deben tener en estas técnicas.

9.2 FILTRACIÓN

Es la separación de un sólido (precipitado) de una disolución madre con el objeto de obtenerlo libre de disolución. A continuación se proporcionan generalidades a ser consideradas en la filtración por gravedad o filtración al vacío.

9.2.1 FILTRACIÓN POR GRAVEDAD

- Este tipo de filtraciones se llevan a cabo cuando se tienen precipitados de tamaño grande (20-

25 μm) y medio (8 μm).

- El tamaño del papel filtro depende de la cantidad de precipitado y no de la cantidad del líquido a ser filtrado
- El papel se humedece con el solvente utilizado en la filtración y se vacía el solvente con el precipitado en un flujo continuo evitando derramar la disolución fuera del papel filtro o del embudo.
- Nunca llenar el embudo al borde ya que puede perderse precipitado.
- Se lava el precipitado con el solvente utilizado para eliminar cualquier impureza.
- Emplear filtros con vástago de 15 cm para promover la rápida filtración.
- Transferir el papel filtro a un crisol a peso constante y dejar secar el solvente.
- Evitar al máximo contaminar el papel filtro durante la manipulación.

9.2.2 FILTRACIONES AL VACÍO

- Este tipo de filtraciones es para precipitados finos (3 μm) y gelatinoso.
- Cuando se realizan filtraciones al vacío, es necesario utilizar una trampa para evitar que cualquier disolución sea succionada accidentalmente dentro de la línea de vacío y prevenir que el agua desde un aspirador se regrese dentro del matraz de filtración¹⁶
- Utilizar embudos Büchner o Gooch con papel filtro. No olvidar que la limpieza es un factor primordial.

9.3 ESTUFA Y MUFLA

En la aplicación de los métodos gravimétricos, es de suma importancia el empleo de instrumentos que permitan secar o calcinar la muestra previa a su análisis o en la etapa última de su proceso de medición, para esto se emplean la estufa y la mufla. A continuación se listan una serie de sugerencias para el empleo adecuado de las mismas.

- Mantener limpios los hornos para evitar contaminación cruzada en las muestras.

¹⁶ Con una trampa esta agua será atrapada antes de contaminar el líquido original.

- Los termómetros usados en la estufa deben estar calibrados.
- Verificar la temperatura de la estufa diariamente.
- Para la calibración de las muflas utilizar pirómetros ópticos o sondas de alta temperatura.
- Se pueden usar sales inorgánicas de alto punto de fusión, seleccionando dos puntos de referencia.
- Se recomienda la calibración dos veces al año.

9.4 SEPARACIÓN DE FASES

Mezclado de fases. Para esta técnica se utilizan embudos de separación.

- La agitación circular es especialmente importante, si se trabaja con solventes que se volatilizan fácilmente produciendo vapores dentro del embudo.
- La agitación rotatoria liberará algo de los vapores formados y minimizará la presión ejercida durante el proceso de agitación.
- Inserte el tapón y sostenga el tapón con una mano, levante el embudo de separación e inviértalo.
- Inmediatamente abra la llave con la otra mano, para liberar los vapores que pudieron formarse.
- Agite nuevamente de forma circular el embudo de separación y libere los vapores de los solventes. Al agitar tome firme y totalmente la llave para prevenir que la presión dentro del matraz libere la llave.
- Después de liberar la presión, cierre la llave, agite o gire ligeramente la mezcla con el embudo invertido y posteriormente libere los vapores nuevamente.
- Si no se observa la presión excesiva generada, agite el embudo de separación subiendo y bajando vigorosamente su contenido en un movimiento circular, de tal manera que las fases se mezclen completamente.
- Libere la llave varias veces durante el período de agitación. Después complete la agitación, abra la llave una última vez.
- Con la llave cerrada, coloque el embudo de separación en un aro metálico y remueva el

tapón.

- Si se está extrayendo una pequeña cantidad de material, lave el tapón dentro del embudo utilizando un gotero y adicionando unas gotas del mismo solvente que se está usando para la extracción.
- Es recomendable asegurarse del buen funcionamiento del material antes de utilizarlo, para evitar por ejemplo: que la llave del embudo de separación este rota y haya pérdidas por derrame.
- Permita que se mantenga fijo el embudo de separación hasta que las fases se hayan separado.

10. MÉTODOS CLÁSICOS DE ANÁLISIS

Los métodos clásicos de análisis son los métodos tradicionales en química analítica y son todos aquellos métodos de análisis químicos que fueron desarrollados por primera vez en el mundo, por lo cual son los más antiguos que hay y se clasifican en dos grupos: Métodos Gravimétricos y Métodos Volumétricos. En la actualidad estos métodos de análisis son considerados como métodos potencialmente a ser primarios¹⁷ dentro de la jerarquía de las mediciones analíticas (ver sección 5), de esto radica su importancia en la química analítica, la desventaja que tienen es el período de tiempo tan largo que conlleva el proceso de medición y en algunos casos el alto costo de los reactivos.

La definición que establece VIM¹⁸ de lo que es un Método Primario es la siguiente:

Un método primario es un método de referencia que está diseñado o es ampliamente conocido, para tener la más alta calidad metrológica y cuyo valor es aceptado sin referencia a un patrón de la misma cantidad.

ISO/REMCO N262¹⁹, clasifica los métodos clásicos de análisis de acuerdo a su manera de ser calibrado dentro de la categoría de los Métodos Calculables, estos métodos son: " Todos aquellos que generan el resultado de la calibración por anticipado, a través de un cálculo definido, en base a leyes que gobiernan los parámetros físicos y químicos involucrados, usando valores obtenidos durante el análisis". Por ejemplo: peso de la muestra analizada, cantidad de disolución de reactivo titulante, peso del precipitado, volumen obtenido de una titulación.

¹⁷ ISO/REMCO N361, abril 1995. Primary Methods of Measurement, by Prof. Dr. Paul Bièvre, Belgium.

¹⁸ VIM, Vocabulario Internacional de Metrología.

¹⁹ Norma ISO/REMCO N262 E/F, emitida en noviembre de 1994.

10.1 GRAVIMETRÍA

Los métodos gravimétricos son los métodos más exactos que hay. Por esta razón son considerados como métodos definitivos o primarios en el sistema jerárquico de las mediciones analíticas.

- Uno de los aspectos más importantes en un análisis gravimétrico es la utilización de una balanza de precisión, que esté calibrada.
- Cada proceso gravimétrico tiene sus propios problemas técnicos que se relacionan a las transformaciones químicas usadas.

Generalidades

- Conservar una higiene personal adecuada. Se recomienda mantener: manos limpias, uñas cortas, mantener el pelo recogido y la ausencia de maquillaje.
- No usar prendedores, pulseras, aretes, ni anillos durante las manipulaciones de muestras y reactivos.
- Situar lo más cerca posible los desecadores de las balanzas para evitar pérdidas de los productos de la calcinación.
- Se recomienda utilizar algún tipo adecuado de desecante en la balanza en el momento de pesar las muestras.
- Los desecadores deben ser de tamaño suficiente para que ninguna muestra quede fuera. Es importante evitar que las muestras se humedezcan y el peso medido se altere.
- Escoger el desecante adecuado para el desecador, partiendo del concepto que no contamine la muestra contenida en el desecador y que permanezca libre de humedad por un período de tiempo mayor que el que la muestra permanezca dentro del desecador, para que cumpla su función.
- Mantener los desecadores cerrados y sellados mientras las muestras se encuentren contenidas en él. Para esto, es recomendable escoger el desecador más adecuado, los que se sellan con grasa o aquellos que sellan utilizando vacío.
- Utilizar crisoles que no sufran descomposición química con las muestras utilizadas y debido a su tratamiento de análisis.
- Seleccionar el tipo de filtro necesario dependiendo del precipitado obtenido, ver tipo de papel filtro en la sección 10.1.2.

- Manipular cuidadosamente la balanza para evitar que se descalibre, ver capítulo 6 de balanzas.

10.1.1 TIPO DE CRISOLES

Existen varios tipos de crisoles: crisoles de barro, de hierro, de níquel, de porcelana, de platino, de cuarzo. Su uso depende del tipo de determinación a realizar.

- Crisol de barro. Su principal uso es en la determinación de oro, por el método de copelación, la temperatura máxima de uso es de 800 a 900 °C. Su limpieza se realiza con aire a presión. Este tipo de crisoles solo se utiliza una vez por cada determinación.
- Crisol de hierro. Principalmente se usa en fusiones con peróxido de sodio. Por ejemplo para fundir minerales de cromo. Este tipo de crisoles solo se utiliza una vez por cada determinación.
- Crisol de porcelana. Se utiliza para realizar calcinaciones a temperaturas alrededor de 550 °C y 600 °C, en donde el carbón del papel filtro utilizado se destruye y libera las especies contenidas en él. Se debe controlar la temperatura para evitar que se volatilicen los compuestos de interés. La limpieza de los crisoles se hace utilizando agua únicamente.
- Crisol de níquel. Se utilizan para determinaciones de materia volátil en coque y carbón mineral, son más económicos que los crisoles de platino. Son resistentes a la oxidación, pero no se recomienda su uso a temperaturas mayores a 900 °C. Estos crisoles se pueden limpiar con mezcla sulfonítrica o con una mezcla de ácido clorhídrico/ácido nítrico.
- Crisol de platino. Se utiliza cuando se desea tener la mínima interferencia o contaminación química, es decir, trabajos de alta pureza, así como también al llevar ataques químicos con ácido fluorhídrico, a altas temperaturas (alrededor de 1200 °C), o con mezclas de carbonato de sodio y potasio o con hidróxido de sodio fundido. Estos crisoles se pueden limpiar con mezcla sulfonítrica o con una mezcla de ácido clorhídrico/ácido nítrico.
- Crisol de cuarzo. Se utilizan en determinaciones de alúmina, son extremadamente inertes, tienen un bajo coeficiente de expansión lineal y su material de construcción no es volátil a todas las temperaturas de uso, hasta temperaturas máximas de 1000 °C, sobre esta temperatura ya no se recomienda su uso. La limpieza de estos crisoles debe realizarse de la siguiente manera: utilizando el mismo fundente utilizado en el método de análisis y llevando a temperatura de calcinación, posteriormente dar limpieza con disolución ácida.

10.1.2 PAPEL FILTRO

El papel filtro se clasifica según la tabla 10.1. según su porosidad y al tamaño de las partículas retenidas. A continuación se da una clasificación general que puede ser utilizada para la elección adecuada del papel filtro.

Tabla 10.1. Clasificación del papel filtro por su porosidad y el tamaño de partícula retenida.

CLASIFICACIÓN GENERAL DE PAPEL FILTRO				
Porosidad	Grande	Mediana	Cristales	Cristales Finos
Velocidad de flujo	Rápida 12 s	Media 75 s	Lenta 175 s	Lenta 420 s
Superficie	lisa, textura abierta	lisa	lisa, textura densa	lisa, textura densa
Retención de partícula	20-25 μm	8 μm	3 μm	2,5 μm
Aplicaciones	Precipitados gelatinosos y partículas grandes. -Metalurgia: hidróxidos de hierro y aluminio. -Monitoreo de contaminación del aire.	-Propósitos generales de gravimetría. -Precipitados de medio cristalino: oxalato de calcio.	Retiene partículas finas: -Sulfato de Bario. -Cloruro de plata.	Poder de retención alto, para precipitados muy finos. -Copolímeros: Estireno-Metacrilato.

10.2 VOLUMETRÍA

Es otra técnica considerada como método definitivo, en esto radica su importancia, aunque su desventaja es que consume tiempos largos de análisis. La titulación es una de las técnicas más utilizadas en determinaciones cuantitativas.

Se recomienda tener los siguientes cuidados durante el proceso de medición, para asegurar resultados confiables:

- Seleccionar los reactivos adecuados, considerando la pureza, fecha de caducidad y manejo de los reactivos de acuerdo a sus propiedades.
- Seleccionar los indicadores adecuados basándose en el punto de vire de la reacción, recomendada por el método, para esto consultar el intervalo de pH correspondiente a cada indicador.

- Los cuidados más importantes en el manejo de los reactivos indicadores son: verificar su fecha de caducidad, sus propiedades higroscópicas, su manera de prepararlo, vida útil de la disolución preparada y cantidad exacta a utilizar para que el reactivo indicador cumpla con su función y no altere el punto de vire en la reacción, evitando de esta manera la obtención de resultados no confiables.
- Asegurar que el material utilizado esté limpio y que la bureta esté calibrada.
- Asegurarse que la llave de la bureta no presente fugas. Es recomendable el uso de llaves de teflón. Algo muy importante a considerar es no cambiar nunca la llave de la bureta, ya que esta ha sido calibrada con su propia llave.
- Se debe enjuagar la bureta antes de utilizarla con la disolución que va a contener.
- Evitar burbujas de aire antes de ajustar el nivel del menisco.
- La disolución de la bureta se adiciona por goteo y no con flujo continuo. El matraz receptor se agita constantemente. Es preferible utilizar un agitador magnético.
- Hacer la lectura del menisco correctamente.

11. TÉCNICAS ANALÍTICAS INSTRUMENTALES

El producto primario de cualquier laboratorio relacionado con mediciones químicas son los datos analíticos reportados para una muestra, por este laboratorio. El Aseguramiento de la Calidad (AC) para tales laboratorios, incluye todas las actividades asociadas para asegurar que las mediciones físicas y químicas se realicen adecuadamente, se interpreten correctamente y se reporten con los estimados adecuados de error e intervalos de confianza. Dentro de los elementos del AC se encuentra el equipo.

Una buena práctica de laboratorio consiste en asegurar el buen funcionamiento de los equipos del laboratorio para garantizar de esta manera, que las mediciones analíticas que se realizan sean confiables. A continuación se dan algunos lineamientos generales.

11.1 CLASIFICACIÓN DEL EQUIPO

Todos los equipos utilizados en el laboratorio deben tener una especificación adecuada para el propósito previsto y conservarse bajo mantenimiento y calibración, que este de acuerdo con su uso. Los equipos que normalmente se encuentran en un laboratorio pueden clasificarse como:

11.1.1 Equipo de servicio general

Este equipo no se utiliza para realizar mediciones o tienen influencia mínima en las mediciones (por ejemplo, platos calientes, agitadores, material de vidrio no volumétrico, etc.) y los sistemas de calentamiento o ventilación en el laboratorio. El equipo de servicio general, típicamente se deberá conservar a través de revisiones de limpieza y seguridad como sea necesario. Las calibraciones o revisiones de funcionamiento serán necesarias, cuando los ajustes afecten significativamente a la medición o al resultado analítico (por ejemplo, la temperatura del horno de la mufla o del baño de temperatura constante). Todas las revisiones que se realicen deben documentarse.

11.1.2 Equipo volumétrico e instrumentos de medición

Equipo volumétrico (ejemplo, matraces, pipetas, picnómetros, buretas, etc.) y los instrumentos de medición (por ejemplo, termómetros, espectrofotómetros, cromatógrafos, balanzas, termómetros, etc.). El uso correcto de estos equipos es crítico para las mediciones analíticas y por lo tanto debe utilizarse, conservarse y calibrarse correctamente de acuerdo a las consideraciones ambientales. El funcionamiento de ciertos materiales volumétricos de vidrio es dependiente de factores particulares, los cuales pueden afectarse por los métodos de limpieza etc. Así como se requieren procedimientos estrictos para el mantenimiento, tales aparatos pueden por lo tanto, necesitar una calibración más regular dependiendo de su uso.

Deberá ponerse atención a la posibilidad de contaminación surgida en la fabricación del equipo mismo, la cual puede ser inerte, o por contaminación cruzada debido a un uso previo. En el caso del material volumétrico de vidrio, los procedimientos de limpieza, el almacenamiento y la segregación del equipo volumétrico pueden ser críticos, particularmente para el análisis de trazas en donde puede ser significativa la permeación y la absorción.

El uso correcto combinado con el servicio periódico, la limpieza y la calibración no necesariamente asegurará que un instrumento está funcionando adecuadamente. Deberán realizarse revisiones periódicas de funcionamiento, cuando sea necesario (ejemplo, revisar la respuesta, la estabilidad y linealidad de las fuentes, sensores y detectores, la eficiencia de separación de los sistemas cromatográficos, la resolución, la alineación y la exactitud de la longitud de onda de los espectrómetros, etc.).

La frecuencia de tales revisiones de funcionamiento puede especificarse en manuales o procedimientos de operación. De no ser así, esto será determinado por la experiencia y con base en la necesidad, el tipo y el funcionamiento previo del equipo. Los intervalos entre las revisiones deberán ser más cortas que el tiempo en el que el equipo se ha encontrado, en la práctica, estar con una deriva fuera de los límites aceptables.

Es posible construir con frecuencia revisiones de funcionamiento – revisiones del ajuste del sistema

– dentro de los métodos de prueba (ejemplo, con base a los niveles de la respuesta esperada del detector o el sensor a los materiales de referencia, la resolución a los componentes de la mezcla por los sistemas de separación, las características espectrales de los patrones de medición, etc.). Estas revisiones deben completarse satisfactoriamente antes que se use el equipo.

11.1.3 Patrones de medición física (masas, termómetros de referencia)

Los parámetros físicos son críticos para el correcto funcionamiento de una prueba en particular, el laboratorio deberá tener o tener acceso al patrón de medición principal, como un medio de calibración.

En algunos casos, una prueba y su funcionamiento se definen realmente en términos de una pieza en particular del equipo y las revisiones serán necesarias para confirmar que el equipo se ajusta a la especificación relevante. Por ejemplo, los valores del punto de inflamación para una muestra inflamable en particular son dependientes de las dimensiones y la geometría del aparato utilizado en la prueba.

Los materiales patrones de medición y cualquier certificado adjunto deberán almacenarse y utilizarse en una forma acorde con la conservación del estado de calibración. Se deberá tener una consideración particular, a cualquier recomendación dada sobre el almacenamiento, en la documentación suministrada con el patrón de medición.

11.1.4 Computadoras y procesadores de datos

En los laboratorios de mediciones químicas, las computadoras tienen una amplia variedad de usos incluyendo:

- Control de las condiciones críticas ambientales
- Monitoreo y control de inventarios
- Programas de calibración y mantenimiento
- Control de la existencia de reactivos y patrones de medición
- Diseño y realización de experimentos estadísticos
- Programación de muestras y monitoreo del rendimiento del trabajo
- Generación de cartas de control
- Monitoreo de procedimientos de prueba
- Control de la instrumentación automatizada
- Captura, almacenamiento, recuperación, procesamiento de datos, manualmente o automáticamente
- Generación de reportes de prueba
- Procesamiento de palabras

- Comunicación

Por lo que es necesario tomar en cuenta las siguientes consideraciones.

Los cables y las interfases proporcionan las conexiones físicas entre las diferentes partes de la computadora o entre diferentes computadoras. Es importante que las interfases y los cables sean elegidos de acuerdo a una aplicación en particular, ya que ellos pueden afectar seriamente la velocidad y la calidad de la transferencia de datos.

Las mediciones químicas crean un ambiente de riesgo en particular para la operación de las computadoras y el almacenamiento del medio de la computadora. El asesoramiento puede encontrarse normalmente en los manuales de operación, sin embargo, deberá tenerse cuidado para evitar daños debido a la contaminación química, microbiológica o por el polvo, el calor, la humedad y los campos magnéticos.

La validación inicial debe verificar tantos aspectos de la operación de una computadora como sea posible. Revisiones similares deben realizarse si cambia el uso de la computadora, después del mantenimiento o de la revisión del software. Cuando se utiliza una computadora para reunir y procesar datos asociados con mediciones químicas, la validación para esta función, es normalmente suficiente asumir la operación correcta si la computadora produce las respuestas esperadas cuando se introducen parámetros conocidos. Los programas de computadora que realizan cálculos pueden validarse por comparación con resultados generados manualmente.

Es importante hacer notar que pueden ocurrir errores solo cuando se introduce un grupo particular de parámetros. La revisión adecuada de las funciones en la reunión y manejo de datos en mediciones químicas, debe hacerse utilizando un material de referencia certificado para la validación inicial y para revisiones en forma regular se puede utilizar un material de control de calidad. Cualquier recomendación que proporcione el fabricante debe tomarse en consideración.

El procedimiento de validación utilizado para un sistema en particular y cualquier dato registrado durante la validación deberán documentarse. Puede resultar difícil validar estos sistemas en forma aislada de los instrumentos analíticos produciendo la señal original. Normalmente se valida todo el sistema a la vez utilizando patrones para mediciones químicas o materiales de referencia. Tal validación normalmente es aceptable.

11.2 VERIFICACIÓN Y MANTENIMIENTO PREVENTIVO

El uso correcto de los instrumentos de medición combinado con las verificaciones periódicas de desempeño del sistema instrumental y con la periodicidad de su servicio como mantenimiento preventivo, limpieza, calibración asegurará un desempeño adecuado del instrumento.

11.2.1 Verificación del Desempeño de un Instrumento de Medición.

Los procedimientos de verificación del desempeño del instrumento analítico, deben ser descritos en los manuales del instrumento, así como la frecuencia con la cual deben realizarse; si esto no se encuentra descrito en el manual, puede determinarse por la experiencia del operador basándose en las necesidades, tipo y previo desempeño del instrumento de medición. Los intervalos de verificación deben ser más cortos que el tiempo en que el equipo presente deriva y que por lo tanto se encuentre fuera de los límites de especificación aceptables. Esta deriva se determina por la práctica.

Es posible establecer una verificación de desempeño en los métodos de prueba como un "Sistema de Verificación Confiable"; el sistema puede basarse en:

- los niveles esperados de respuesta del detector a los patrones de referencia de calibración;
- la resolución de patrones de referencia de calibración en sistemas separados;
- las características espectrales de los patrones de referencia de calibración, etc.

Estas verificaciones deben ser completamente satisfactorias antes de que el instrumento analítico sea utilizado. A continuación se dan algunos lineamientos acerca de las buenas prácticas de laboratorio y de medición que se recomiendan para asegurar resultados confiables de análisis.

1. Establecer un programa de mantenimiento preventivo y correctivo para cada uno de los equipos empleados en el laboratorio
2. Para poder establecer de manera adecuada los puntos que cubre el mantenimiento preventivo se sugiere considerar:
 - a) Bitácora del equipo
 - b) Intervalos de verificación del instrumento

Al verificar los parámetros más críticos de un instrumento y registrar los resultados en cartas de control estadístico, se debe determinar la frecuencia de uso, conocer la antigüedad del equipo, determinar la estabilidad e intervalos de confianza requeridos, determinar la frecuencia con la que se debe realizar el mantenimiento preventivo del equipo. Es importante que se cuente con un programa (tabla esquemática) en la que se indiquen las fechas en que debe realizarse el mantenimiento, esto permite que el personal recuerde la próxima fecha.

- c) Responsable del equipo

A cada uno de los equipos adquiridos en el laboratorio, se le asigna un responsable, quien debe conocer a profundidad el manejo del equipo y responsabilizarse de que el funcionamiento se encuentre en óptimas condiciones, así como de encargarse de programar la frecuencia con que se

deben de realizar las verificaciones y/o calibraciones y mantenimiento.

11.3 CALIBRACIÓN

La calibración de un instrumento de medición, de acuerdo al vocabulario de metrología, se define como:

“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”.

La calibración de ciertos equipos puede realizarse por el personal de laboratorio que sea debidamente capacitado en el tema o en su defecto contar con un documento en el que se describa, de manera detallada, el procedimiento de como realizar una calibración. En algunos equipos, la calibración se realiza por un organismo calificado para ofrecer este servicio, tal como un laboratorio primario o secundario.

- Para asegurar la calidad de las mediciones realizadas, es necesario que el laboratorio determine para cada uno de los equipos un programa de calibración.
- La frecuencia con que se debe realizar una calibración dependerá de:
 - a) Especificaciones del fabricante
 - b) Frecuencia de uso
 - c) Tipo de mediciones realizadas
 - d) Evaluación de las cartas de control
 - e) Tiempo
- Un equipo utilizado frecuentemente, requerirá de periodos menores entre cada calibración.
- Las cartas de control estadístico de un instrumento de medición sirven para conocer su comportamiento de medición, para establecer los períodos en los cuales se debe realizar un ajuste, una verificación y/o calibración.

Los instrumentos analíticos requieren de un control para asegurar que las mediciones a realizar tengan la exactitud y precisión requeridas.

11.4 CONFIRMACIÓN METROLÓGICA Y CALIFICACIÓN DE EQUIPOS

La confirmación metrológica y la calificación de equipos forman parte del aseguramiento de calidad y es conveniente evaluar parte o completamente su influencia en la medición, tanto en los equipos empleados por los laboratorios de calibración como en los equipos empleados por los laboratorios de prueba.

11.4.1 Confirmación metrológica

La confirmación metrológica es un conjunto de operaciones requeridas para asegurar que el equipo de medición concuerda con los requisitos correspondientes a su uso previsto.

Algunos aspectos de la confirmación metrológica son:

- a) La confirmación metrológica generalmente incluye la calibración y verificación, cualquier ajuste o reparación necesario y la subsiguiente recalibración, la comparación con los requisitos metrológicos para el uso previsto del equipo, así como cualquier sellado y etiquetado requerido.
- b) La confirmación metrológica se obtiene cuando se ha demostrado y documentado la adecuación del equipo de medición para el uso previsto.
- c) Los requisitos para el uso previsto del equipo de medición, incluyen consideraciones tales como alcance, resolución y error máximo permitido.

En la práctica, la selección de un instrumento de medición se inicia delimitando el uso previsto y definiendo las características metrológicas requeridas para obtener mediciones confiables. Un instrumento de medición se selecciona mediante la comparación de estas características metrológicas y las declaraciones del fabricante, las cuales finalmente se demuestran mediante los resultados de la calibración del propio instrumento.

La confirmación metrológica es útil en ausencia de la disponibilidad de las características de los equipos o instrumentos de medición, que están establecidas en las normas de referencia. Su propósito es asegurar que el equipo de medición tenga las características adecuadas para el uso previsto. De ninguna manera debe interpretarse como sustituto de una calibración, más bien la incluye, considerando que la calibración NO es suficiente para asegurar que el equipo sea apropiado para un uso dado, pues también debe asegurarse que otras características del equipo, como su alcance de medición, sean apropiadas.

La información al proceso de confirmación metrológica incluye: a) los requisitos metrológicos (como alcance de medición y máximo error permitido); y, b) los resultados de la calibración del equipo. El resultado del proceso es la seguridad de que el equipo es apropiado para el uso previsto.

11.4.2 Calificación de equipos

La Calificación de Equipos e Instrumentos de Medición Analítica (CEIMA) es un proceso que asegura que un instrumento es adecuado para el uso propuesto y que su funcionamiento esta de acuerdo a las especificaciones establecidas por el usuario y el proveedor. La CEIMA se compone de las siguientes etapas: la calificación de diseño del equipo e instrumentos de medición, de instalación, de operación y de funcionamiento; así como su recalificación periódica.

Es importante que los instrumentos de medición se mantengan bajo control, con la finalidad de evaluar su desempeño y cumplir con los requisitos de la NMX-EC-17025-IMNC-2000, que requieren a los laboratorios de ensayo la evidencia de que los instrumentos cumplen con el propósito de uso establecido, con un estado de mantenimiento adecuado y calibrados a patrones nacionales o internacionales, esto con la finalidad de demostrar la validez de sus resultados de medición.

11.5 CROMATÓGRAFO DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN

En la cromatografía de líquidos existen diferentes factores que se deben tomar en cuenta para poder obtener los resultados experimentales confiables, aquí solamente mencionaremos algunos aspectos en forma general.

- Los contaminantes en la fase móvil, son algunos de los problemas que se presentan en la elusión por gradiente. En la línea base pueden aparecer señales de acuerdo al nivel de concentración de los contaminantes presentes.
- El agua es la fuente más común de contaminación en análisis de fase inversa. Se recomienda utilizar agua destilada o agua desionizada en la preparación de fases móviles. Es importante mencionar que varios desionizadores comunes introducen contaminantes orgánicos dentro del agua, por lo que es necesario evaluar la calidad del agua obtenida. Una solución es pasar el agua desionizada a través de carbón activado o en por un cartucho que contenga una fase sólida de extracción como C₁₈.
- El uso de ciertas disoluciones acuosas amortiguadoras de pH, promueven el crecimiento de algas o bacterias. Las disoluciones deberán desecharse cuando estén turbias. La adición de ciertos inhibidores pueden prevenir el crecimiento de microorganismos, un ejemplo puede ser el uso de azida de sodio para las disoluciones amortiguadoras acuosas, o mezclarlos con algún disolvente orgánico tal como acetonitrilo.
- El reciclamiento de la fase móvil, que se utiliza en separaciones isocráticas, prolonga la vida de la columna y reduce costos por el uso de disolventes. No obstante, se debe evaluar la calidad de la fase móvil previo al análisis.

- En caso de utilizar registradores o integradores manuales, se recomienda ajustarlos para compensar el incremento gradual de la línea base, que normalmente resulta.
- Los componentes volátiles pueden evaporarse, especialmente cuando la fase móvil es reciclada o continuamente desgasificada, lo cual provoca un cambio en la composición de la fase móvil.
- El mantenimiento de los registros es importante y no debe olvidarse.
- Las columnas deben evaluarse cuando se utilizan por primera vez y de igual forma, deberá registrarse los resultados que se obtengan. Asimismo, a cierto tiempo, el funcionamiento de las columnas deberá evaluarse dependiendo de su uso. Para evaluar el funcionamiento de la columna se recomienda utilizar un material de referencia.
- Mantener un historial por escrito de: la eficiencia de la columna, de la fase móvil utilizada, de la lámpara en uso (si es el caso) y del funcionamiento de las bombas, así como el monitoreo de estos parámetros a través del sistema.
- Las fugas son problemas comunes en sistemas de este tipo de cromatografía. Para minimizar las fugas en el sistema, es recomendable no intercambiar partes y conexiones de diferentes fabricantes. Si los cambios son necesarios utilice adaptadores y revise continuamente todas las conexiones.
- Sales altamente concentradas ($>0,2$ M) y las fases móviles cáusticas, pueden reducir la eficiencia del sello de la bomba.
- En algunos casos, el uso prolongado de reactivos con par iónico tiene efecto lubricante sobre los pistones de las bombas que pueden producir pequeñas fugas.
- Antes de utilizar una bomba bajo condiciones adversas, lea las especificaciones del fabricante del instrumento.
- Utilizar pre-columnas, su uso es más general en cromatografía iónica.
- Para conectar una columna, primero se debe limpiar la entrada, desconectarla e invertirla, conectarla y pasar el disolvente con un flujo de 1-2 mL/min.
- Alrededor de 100 mL de disolvente son suficientes para desalojar pequeñas cantidades de material en el eliminador de entrada.

11.6 CROMATÓGRAFO DE GASES

Es esta sección se dan sugerencias de buenas prácticas de laboratorio y de medición generales para la técnica de cromatografía de gases.

- Elegir el gas acarreador adecuado, en orden de importancia se prefiere elegir $H_2 > He > N_2 > Ar$. Asimismo, es necesario considerar la pureza de los gases y utilizar trampas de humedad y oxígeno.
- No usar tubería de plástico para las instalaciones de gases.
- Cuando se detecten fugas del gas acarreador en las líneas dentro del cromatógrafo, no es conveniente usar disoluciones a base de detergentes, que al secarse dejen residuos que contaminen.
- Elegir la velocidad de flujo más adecuada, recordar que las velocidades de flujo altas disminuyen la interacción de la muestra, tanto en la fase móvil como en la estacionaria, impidiendo la buena resolución de picos.
- La selección de la temperatura para el acondicionamiento de las columnas, depende de la temperatura de operación del cromatógrafo y los límites de temperatura de uso para la columna.
- Para acondicionar la columna se recomienda desconectarla del detector para evitar la condensación de la fase líquida en el mismo y también la acumulación de impurezas en el detector.
- En las columnas nuevas antes de empezar a calentar se recomienda purgar por cinco minutos con gas acarreador, para eliminar cualquier traza de oxígeno adsorbido y así evitar su deterioro.
- Para cortar columnas capilares utilice un cortador de diamante o carburo (no se recomienda romper la columna al hacer el trazo).
- Elegir el tipo de férula adecuada para la columna que se va a instalar de acuerdo a la medición que se va a realizar.
- En el inyector es importante revisar el inserto, la septa, los sellos críticos para evitar fugas.
- La limpieza de la jeringa para la inyección de la muestra es un punto crítico, antes y después de utilizarla es necesario limpiarla con el disolvente de trabajo.

- No es recomendable calentar la jeringa a más de 50 °C ya que las diferencias de expansión del vidrio y del émbolo pueden causar fracturas.
- Si utiliza éter etílico como disolvente, se recomienda enfriar la jeringa antes de utilizarla.
- El detector también es una parte fundamental en la cromatografía de gases y es necesario acondicionarlo previo al análisis. Por lo que se recomienda revisar las conexiones del detector y el jet (si es el caso). Es necesario hacer uso de los gases y establecer los flujos adecuados para el detector que se vaya a utilizar. La limpieza es importante y por lo tanto es necesario verificarla.
- Previo al análisis de la muestra es recomendable evaluar que el funcionamiento del equipo no presenta problemas, para ello se recomienda verificarlo con un material de referencia o de control adecuado para el tipo de compuestos a analizar.
- Para la medición de los componentes de la muestra, es necesario realizar la calibración y para ello se requiere utilizar materiales de referencia.
- Realice un programa de limpieza de detectores e inyectores, por ejemplo para la limpieza del detector de ionización de flama se puede inyectar algún disolvente una o dos veces al día mientras la flama éste encendida, consulte las sugerencias en su manual de operación.
- Considerar que la temperatura del medio ambiente afecta la estabilización de la temperatura del horno. Evitar cambios bruscos de la temperatura ambiente.
- Es recomendable consultar el manual de operación para el correcto funcionamiento del equipo.

11.7 ÍNDICE DE REFRACCIÓN

- Cuando se utiliza el refractómetro limpie la superficie del prisma con unas pocas gotas de etanol y una toalla especial para limpiar lentes.
- ¡PRECAUCIÓN!: Las superficies del prisma se rayan fácilmente. No toque estas superficies con algo duro, tal como un gotero, la punta de una varilla de vidrio o una espátula de metal. Límpielos generosamente con una toalla, haciéndolo de una manera rápida pero suave.
- Cuando determine el índice de refracción, mueva la línea divisoria entre las áreas claras y oscuras **exactamente** al centro de la cruz, lea el valor del índice de refracción y registre la temperatura.

-
- Aplicar el factor de corrección cuando hay diferencia de temperaturas. Limpie las superficies del prisma cuando termine.

11.8 ESPECTROMETRÍA DE INFRARROJO

- El material de referencia comúnmente usado para la verificación de este equipo es una película de poliestireno.
- Se debe calibrar el aparato siempre que se someta a vibraciones.
- Las celdas de NaCl y KBr deben mantenerse en desecadores debido a que son altamente higroscópicas.
- Se deben pulir las celdas cada vez que presenten ralladuras.
- Revisar continuamente los empaques utilizados en los portamuestras, de plomo, teflón o plata.
- Mantener la sal de KBr en el desecador y antes de utilizarla en la preparación de pastillas mantenerla en la estufa.
- Evitar tocar con las manos las pastillas y celdas para no contaminarlas.
- Después de cada análisis limpiar con acetona las celdas, desechar las pastillas.

11.9 ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ULTRAVIOLETA/VISIBLE

Cuidados de limpieza con el material de vidrio volumétrico a utilizar:

- Realice la limpieza de los materiales a utilizar de acuerdo de la sección 4.3.6.

Recomendaciones para el espectrofotómetro:

- Verificar el espectrómetro una vez a la semana, utilizando los materiales de referencia certificados de óxido de holmio para verificar la escala de longitud de onda y filtros de vidrio o disoluciones de $K_2Cr_2O_7$ para la escala de absorbancia. En caso de alguna desviación de los parámetros revisados con estos materiales de referencia, solicitar el servicio del proveedor para su revisión.
- Se recomienda llevar cartas de control de los parámetros revisados en el punto anterior.
- Cuando se analicen sustancias volátiles utilizar las celdas con tapa.

- Secar las celdas con papel especial para evitar rayar las celdas y evitar dejar residuos de papel en las mismas. Se recomienda lavar las celdas al menos una vez al mes con disoluciones de H_2SO_4 , en el siguiente orden en que se mencionan las concentraciones respectivas: Concentrado, 24 N, 12 N, 6 N y enjuagar con abundante agua Tipo 1.
- Tomar las celdas siempre de la parte esmerilada para evitar dejar manchas de grasa de las manos por donde atraviesa la luz.
- Mantener las celdas limpias, después de usarlas se deben limpiar con metanol y dejarlas secar en campana de flujo laminar.
- Procurar colocar las celdas siempre hacia el mismo lado. Generalmente traen unas letras en la parte superior, estas pueden tomarse como referencia para mantener siempre la misma posición.

11.10 ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

Antes de iniciar asegúrese de todos los cuidados de limpieza con el material de vidrio volumétrico a utilizar en la técnica de absorción atómica. Realice la limpieza de los materiales a utilizar de acuerdo a la sección 4.3.6.

Si se analizan elementos a nivel trazas se recomienda utilizar material de polietileno de baja densidad o de preferencia teflón; este material requiere de una limpieza extrema, a continuación se sugiere lo siguiente, para evitar contaminación de las muestras por el contenedor de la muestra.

Limpieza de material de polietileno de baja densidad y teflón a utilizar.

- Con HNO_3 al 20 % y H_2SO_4 a 70 °C, por 12 h en una campana de extracción.
- Enjuague con agua destilada desionizada.
- Dejar escurrir en charolas de polipropileno con papel secante.
- Secar en una campana de flujo laminar, por 10 h.
- El agua de enjuague se deposita en botellas identificadas con el ácido o mezclas de ácidos que contiene al porcentaje correspondiente. No tirar directamente en las tarjas, enviarlo a tratamiento de residuos.

Recomendaciones de Manejo de Instrumento:

- Antes de comenzar a trabajar es recomendable optimizar el instrumento con una disolución de Cu de 4 mg/L en una matriz de agua. Siguiendo las instrucciones del manual del

instrumento.

- Una vez optimizado el instrumento, verificar la optimización con una disolución espectrométrica del elemento que se desee analizar a la concentración que recomiende la tabla de condiciones normalizadas del manual del instrumento.
- Realizar, curva de calibración, verificando el intervalo lineal al menos con 5 disoluciones de referencia.
- Cuando prepare las disoluciones de referencia, realice el pipeteo del material de referencia utilizando un vaso limpio, enjuagando la pipeta con la disolución de referencia, pipetear la disolución y transferir al matraz, la disolución restante no debe regresarse al frasco del material de referencia, pues se contamina.
- Utilizar disolución de referencia de control al principio y durante la determinación analítica, con la finalidad de verificar al principio la calibración del instrumento y durante la determinación analítica para evaluar cualquier tendencia del método.
- Utilizar la técnica de adición de estándar para compensar fuentes de error por interferencias de matriz, químicas o espectrales, sobre todo cuando se realicen determinaciones a nivel trazas elementales.
- Tomar al menos tres lecturas de cada una de las muestras a analizar de manera consecutiva para tomar en cuenta las variaciones del instrumento.
- Las muestra analizarse se recomienda que sean transferidas inmediatamente a botellas de polietileno de baja densidad, para evitar contaminación con el vidrio u otros materiales.
- Se recomienda no introducir al instrumento muestras que contengan precipitados, ya que estos ensucian el sistema de nebulización y produce variaciones en los resultados.
- No se recomienda utilizar muestras con matriz de HCl, cuando esto es inevitable revisar bien el método a utilizarse antes de realizar la determinación, se recomienda más el uso de ácido nítrico.
- Esta regla también es importante durante la determinación de los elementos por absorción atómica de horno de grafito.

Recomendaciones para la puesta en operación del equipo de absorción atómica de flama y su verificación.

- Realizar inicialmente una tabla con los siguientes datos:

Usar disoluciones espectrométricas de referencia certificadas en disolución acuosa de los elementos que analiza más comúnmente.

Preparar las disoluciones a la concentración (de la tabla que proporciona el proveedor) y leer para cada elemento lo siguiente y anotar en la tabla:

- Concentración del analito
- Absorbancia obtenida
- Flujo de gas y tipo
- Energía obtenida de la lámpara utilizada

- Llevarlo a cabo para cada elemento y monitorear cada 4 ó 6 meses, dependiendo del uso del instrumento.

- Determinar el límite de detección para cada elemento en disolución acuosa.

- Mantener un programa de mantenimiento preventivo del equipo con el proveedor cada 6 meses.

- Utilizar material de polipropileno para almacenar muestras y materiales de referencia acuosos, evitar el uso de material de vidrio.

- Preparar disoluciones de materiales de referencia acuosas de 20 mg/L provenientes de disoluciones de 1000 mg/L del almacén del laboratorio, para los análisis del día. Se recomienda se prepare en una matriz de 3 % de ácido nítrico, para conservar la estabilidad de los elementos en disolución, por 1 o 3 semanas, dependiendo de su almacenaje y manejo adecuado.

- Los siguientes elementos se recomiendan para preparar cada disolución de trabajo para los análisis del día.

Disolución 1: Cu, Cr, Ni, Fe, Co (Cd, Zn).

Disolución 2: Cd, Zn

Disolución 3: As, Se²⁰

Disolución 4: Ag²⁰

Disolución 5: Pb

Disolución 6: Hg²⁰

Disolución 7: Sb, Mo, V, Be, Ba

²⁰ Estos elementos no deben mezclarse entre sí, al preparar disoluciones estándar.

Disolución 8: Th

Disolución 9: Na, K, Ca, Mg (Mn)

- Cuando se analizan varias muestras se recomienda analizar el material de referencia cada 10 muestras, como material de referencia de control.
- Utilizar siempre una disolución blanco al leer las muestras y realizar la corrección por el blanco.

11.10.1 Horno de Grafito

Se recomienda realizar la verificación del horno de grafito antes de comenzar a trabajar. Esta verificación se sugiere sea realizada con una disolución de referencia como: NIST SRM 1643, prepárela de acuerdo al analito que desea analizar (consulte la tabla del manual de su instrumento, para conocer a que concentración se debe preparar), se recomienda que la disolución sea preparada en ácido nítrico a no más del 0,2 % para conservar el analito en disolución, al menos una semana. Consulte su manual, en la sección de verificación del instrumento o en su defecto al proveedor del instrumento.

- Para el desarrollo de método, basarse en las recomendaciones del manual de métodos del equipo.
- Realizar estudios de temperatura en los diferentes pasos del programa de atomización y probar los diferentes modificadores de matriz recomendados por el manual o literatura.
- Correr una muestra y comparar los resultados con los obtenidos con el material de referencia
- Correr una muestra adicionando una cantidad conocida de material de referencia con una concentración alta.

11.10.2 Recomendaciones durante el uso del Horno de grafito

- No usar durante la digestión o preparación de la muestra H_3PO_4 y HCl, es mejor emplear HNO_3 .
- Cuando prepare sus muestras asegúrese que no tienen una concentración mayor de ácido nítrico del 0,2 %, esto con la finalidad de proteger el tubo de grafito y mejorar la precisión de los resultados.
- No inyectar más de 40 mL de muestra en el horno de grafito
- Se recomienda utilizar automuestreador en el sistema para mejorar la precisión de los resultados, si esto no es posible, se recomienda sistematizar la manera de inyectar la muestra,

es decir, tratar de inyectarla siempre en la misma posición. Esto último, dependerá de la habilidad del operador.

- Al utilizar el automuestreador programarlo para que tome las disoluciones en el siguiente orden: blanco, modificador de matriz y muestra. Este orden también es aplicable al inyectar la muestra manualmente.

12. CONTROL Y MANEJO DE REGISTROS

12.1 GENERALIDADES

- Un registro es un documento que provee evidencias objetivas de las actividades ejecutadas o resultados obtenidos.
- Evidencia objetiva se considera a la información que puede ser probada como verdadera, basada en hechos obtenidos por medio de observaciones, mediciones, pruebas u otros medios.
- Se deben escribir todos los registros con tinta indeleble.
- Hacer modificaciones en un registro, haciendo un cruce simple a través del registro incorrecto, añadir las anotaciones correctas, firmar con iniciales la corrección y si es relevante añadir una corta explicación.
- No utilizar correctores líquidos.
- No escribir con lápiz, ni borrar los registros incorrectos.
- No escribir en hojas sueltas ni eliminar hojas o datos.

12.2 MANEJO DE REGISTROS

- Crear un sistema de manejo de registros para generar, usar, cambiar, presentar y controlar los registros.
- Deben considerarse la permanencia, atribución y seguridad en el registro de información.
- Todos los registros deben ser fechados y firmados por la persona que los hizo.
- Debe tenerse un lugar adecuado para almacenar y controlar todos los registros generados
- Dentro de los registros que podemos considerar se tienen: Cartas de control, certificados de

los Materiales de Referencia Certificados, reportes de análisis, reportes de auditorías. Cada laboratorio es responsable de determinar los grupos de registros.

- Se debe considerar un sistema de registros para la recepción de muestras en el laboratorio, su entrega y almacenamiento después de haber sido analizadas.

12.3 BITÁCORAS

- Es necesario llevar un cuaderno (bitácora) de registros que sea utilizado por el analista para su propia referencia.
- El cuaderno debe ser empastado y sus páginas numeradas consecutivamente.
- Se debe establecer un sistema de control de bitácoras, numerar cada una en la portada o el lomo y mantener un archivo con el número respectivo, la fecha de entrega y el nombre de la persona responsable, fecha de devolución y su ubicación en la biblioteca o archivo.
- La responsabilidad del control de la bitácora debe estar a cargo de una persona, que puede ser el gerente de aseguramiento de calidad.
- Se deberá escribir el nombre del analista, la sección del laboratorio que cubre su trabajo, fecha y hora.
- Se deberá resumir en él los aspectos más importantes del análisis.
- En las bitácoras de equipo se recomienda que se escriba: nombre del equipo, modelo, número de serie, datos del proveedor, fecha de compra, especificaciones técnicas, fecha de inicio de servicio y ubicación en el laboratorio.
- Así mismo se indican los datos de la frecuencia con la que se tienen que llevar a cabo las calibraciones, mantenimiento preventivo y otros servicios del equipo.
- Se deben hacer anotaciones cada vez que se realice un servicio de mantenimiento o calibración, partes cambiadas y todas las anotaciones que se consideren pertinentes para el equipo, esta bitácora debe estar todo el tiempo a un lado del equipo, y transferirse junto con el cuándo se cambie su ubicación.
- Se debe efectuar una revisión periódica de las bitácoras de los equipos para determinar si el equipo ha recibido el mantenimiento adecuado y si se ha comportado satisfactoriamente.

- Esta revisión puede efectuarse por el encargado del equipo y aprobada por su jefe inmediato superior.

12.4 MANEJO Y REGISTRO DE REACTIVOS

- Todos los reactivos químicos usados deben ser al menos "grado analítico".
- Se deben conocer las propiedades físicas, químicas y de toxicidad de los reactivos para saber como manejarlos
- Mantener los contenedores de los reactivos bien cerrados.
- Regresar inmediatamente los reactivos al sitio designado y no los dejarlos en el lugar de trabajo.
- Al utilizar los reactivos químicos, se deben usar botellas apropiadas, no regresar el reactivo sobrante ni introducir pipetas sucias.
- Se debe vaciar la cantidad necesaria de reactivo en otro contenedor de vidrio limpio y tome directamente de él.
- Se debe tener un registro de reactivos en el que se describa la marca, fecha de recepción y fecha de terminación.
- Se deben etiquetar los reactivos indicando la fecha de recepción, fecha en que se abre por primera vez en el laboratorio y fecha de caducidad.
- Si el reactivo sufre alteraciones en sus propiedades a través del tiempo, indicarlo en una etiqueta por separado.
- Se debe inspeccionar periódicamente el estado de los reactivos en el laboratorio, para verificar señales de deterioro y tomar las medidas adecuadas en caso de transformación química.

12.5 DISOLUCIONES REACTIVAS

Este tipo de disoluciones se refiere a las que se preparan en el laboratorio.

- Deben presentar fecha de caducidad, que no debe ser mayor a 3 meses para disoluciones valoradas y de 6 meses para disoluciones no valoradas, a partir de su fecha de preparación.
- Estas disoluciones deben etiquetarse con la fecha de preparación, identificación, concentración, fecha de caducidad y el analista que lo preparo.

- Se recomienda establecer un código de colores para la identificación visual para los diferentes tipos de disoluciones.

12.6 SOLVENTES

- Los solventes usados deben ser de una pureza consistente con el análisis, esto es, "grado espectroscópico", "grado cromatográfico", y así sucesivamente.
- Mantener las botellas de los solventes bien cerrados y no regresar el solvente remanente a la botella para evitar contaminación.

13. BIBLIOGRAFÍA

1. GH Jeffery, J Bassett, J Mendham and RC Denney, VOGEL S, Textbook of Quantitative Chemical Analysis, Fifth Ed., Longman Scientific & Technical. U.K., 1989.
2. Dux P. James; Handbook of Quality Assurance for the Analytical Chemistry Laboratory; Second edition; VNR; New York; 1990.
3. Ramette, W. Richard; Equilibrio y Análisis Químico; Fondo Educativo Interamericano; USA, 1983.
4. BSI British Standard Specification
5. BSI 1792:1982
6. BSI 604:1982
7. BSI 700: Part 1,2 y 3: 1982
8. BSI 1583: 1986
9. BSI 3978: 1987
10. Norma Oficial Mexicana, NOM-BB-86-1982; Especificaciones de utensilios y recipientes volumétricos de vidrio para laboratorio.
11. Fessenden and Fessenden, Organic Laboratory Techniques, 2nd Edition. Ed. Brooks/Cole 1993.
12. Thomas A. Ratliff, Jr. The Laboratory Quality Assurance System. A Manual of Quality Procedures with related forms. Ed. Van Nostrand Reinhold.
13. John Keenan Taylor. Quality Assurance of Chemical Measurements. Ed. Lewis Publishers.
14. Walter Jennings. Analytical Gas Chromatography. Academic Press, INC.1987.
15. Water and Environmental Technology. ASTM V. 11.01. D1193-91 p. 45
16. Preston-Thomas, H. The International Temperature Scale of 1990, (ITS-90). Metrología 27, 3-10 y 107.
17. Jaime Valencia R. y Enrique Martínez L. Termometría en Capilares de Vidrio. División de Termometría, 1994. CENAM.
18. CITAC / EURACHEM GUIDE, Guide to Quality in Analytical Chemistry. An aid to Accreditation, 2002.
19. VIM vigente [International vocabulary of basic and general terms in metrology. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML], 1993.
20. NMX-CC-10012-IMNC-2003 Sistema de gestión de las mediciones – Requisitos para procesos de medición y equipos de medición.
21. P. Bedson , M. Sargent, *The development and application of guidance on equipment qualification of analytical instruments*, Laboratory of the Government Chemist, UK, 1996.
22. James M. Miller. Chromatography: Concepts & Contrats. John Wiley & Sons. 1987.
23. High Resolution Gas Chromatography. Hewlett Packard, third edition, 1989.
24. R. Buffington and M. K. Wilson. Detectors for Gas Chromatography - A practical primer. Hewlett Packard.
25. The Practice of Analytical Gas Chromatography. Seminars J & W Scientific - Leadership in Technical Training, 1995.

26. Curso de "Buenas Prácticas de Laboratorio en cromatografía de Gases", CENAM, Qro. agosto de 2000.
27. Manual Perkin Elmer, The THGA Graphite Furnace: Techniques and Recommended Conditions. June, 1992.
28. Norma ISO/REMCO N262, 1992.
29. Guía ISO 8402-1991. Terms and definitions used in connection with reference material. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
30. Testing of Glass Volumetric Apparatus. J.C. Hughes. National Bureau of Standards Circular 602. Issue April 1, 1959.
31. Notes on the Correct Use of Volumetric Glassware, Draft 1. J.R. Cowles, Authorised by: G H J Merson. Laboratory of Government Chemistry (LGC). England, July 1993.
32. 630-AC-P.040, Procedimiento Interno, Corrección de la masa de sólidos y líquidos, por efecto del empuje del aire; CENAM, Alejandro Pérez Castorena; Julio 1996.
33. H.M. Stah, W Hyde y L Sigler, Anal Chem., 54, 1456^a (1982).

ANEXO 1

PREPARACIÓN DE LA MEZCLA DE PEROXIDISULFATO DE AMONIO

1. Disolver 36 g de peroxidisulfato de amonio en 2,2 L de ácido sulfúrico concentrado.
2. Esta mezcla es un oxidante potente el cual ataca, piel, suciedad y grasa por lo que es necesario trabajar en campana de extracción.
3. Recordar que el ácido sulfúrico es altamente corrosivo, tóxico y que la disolución en agua es exotérmica. La preparación de la mezcla debe realizarse en campana de extracción y evitarse el contacto con agentes reductores y materiales orgánicos; es irritante a los ojos, al sistema respiratorio y a la piel. Al preparar la disolución es necesario utilizar mascarilla y guantes.

TABLA 1
VALORES DE z

NOM-BB-86, 1982

PRESIÓN BAROMÉTRICA mm de Hg						
Temp. °C	450	470	490	510	530	550
19,0	1,002226	1,002254	1,002282	1,00231	1,002338	1,002366
19,5	1,002341	1,002369	1,002397	1,002425	1,002453	1,002481
20,0	1,002433	1,002461	1,002489	1,002517	1,002545	1,002573
20,5	1,002534	1,002562	1,00259	1,002618	1,002646	1,002674
21,0	1,002636	1,002664	1,002692	1,00272	1,002748	1,002776
21,5	1,002741	1,002769	1,002797	1,002825	1,002853	1,002881
22,0	1,002845	1,002873	1,002901	1,002929	1,002957	1,002985
22,5	1,002955	1,002983	1,003011	1,003039	1,003067	1,003095
23,0	1,003068	1,003096	1,003124	1,003152	1,003180	1,003208
23,5	1,003068	1,003211	1,003239	1,003267	1,003295	1,003323
24,0	1,003183	1,003325	1,003353	1,003381	1,003409	1,003437
25,0	1,003540	1,003568	1,003596	1,003624	1,003652	1,003680
25,5	1,003654	1,003682	1,00371	1,003738	1,003766	1,003794
26,0	1,003788	1,003816	1,003844	1,003872	1,00390	1,003928
26,5	1,003918	1,003946	1,003974	1,004002	1,004030	1,004058
27,0	1,004051	1,004079	1,004107	1,004135	1,004163	1,004191
28,0	1,004318	1,004346	1,004374	1,004302	1,004430	1,004458

**TABLA 1
VALORES DE z**

NOM BB-86 1982

PRESIÓN BAROMÉTRICA mm DE Hg						
Temp. °C	590	600	660	700	760	780
19,0	1,002366	1,002450	1,002536	1,002592	1,002675	1,002703
19,5	1,002481	1,002565	1,002629	1,002685	1,002768	1,002796
20,0	1,002573	1,002657	1,002725	1,002780	1,002864	1,002892
20,5	1,002674	1,002758	1,002823	1,002879	1,002962	1,002990
21,0	1,002776	1,00286	1,002924	1,002980	1,003063	1,003091
21,5	1,002881	1,002965	1,003028	1,003083	1,003166	1,003194
22,0	1,002985	1,003069	1,003134	1,003190	1,003272	1,003300
22,5	1,003095	1,003179	1,003243	1,003298	1,003381	1,003409
23,0	1,003208	1,003292	1,003354	1,003410	1,003492	1,003520
23,5	1,003323	1,003407	1,003468	1,003523	1,003606	1,003633
24,0	1,003437	1,003521	1,003585	1,003640	1,003722	1,003750
25,0	1,003680	1,003764	1,003825	1,003880	1,003962	1,003989
25,5	1,003794	1,003878	1,003949	1,004003	1,004085	1,004113
26,0	1,003928	1,004012	1,004075	1,004129	1,004211	1,004239
26,5	1,004058	1,004142	1,004203	1,004258	1,004340	1,004367
27,0	1,004191	1,004275	1,004334	1,004389	1,004470	1,004498
28,0	1,004458	1,004542	1,004603	1,004657	1,004739	1,004766

TABLA 2

NOM-BB-86, 1982

LIMITES DE ERROR EN LA CAPACIDAD DE ENTREGA DE PIPETAS VOLUMÉTRICAS		
Capacidad Nominal	Límites de error	
	Clase A	Clase B
mL	mL	mL
0,5	"0,005	"0,01
1	"0,008	"0,015
2	"0,01	"0,02
5	"0,015	"0,03
10	"0,02	"0,04
20	"0,03	"0,06
25	"0,03	"0,06
50	"0,05	"0,1
100	"0,08	"0,15
200	"0,1	"0,2

CLASIFICACIÓN DE GRUPOS DE MASAS

De acuerdo a la clasificación internacional de OIML (International Organization of Legal Metrology)

CLASE	USO RECOMENDADO
E ₁	Para asegurar la trazabilidad entre el patrón nacional de masa y pesas de la clase E ₁
E ₂	Para usarse en la calibración de inicial de pesas clase F ₁ y de instrumentos de exactitud clase I
F ₁	Para usarse en la calibración inicial de pesas F ₂ y de instrumentos de exactitud clase I
F ₂	Para usarse en la calibración inicial de pesas clase M ₁ y posiblemente clase M ₂ , instrumentos de exactitud clase II y en las transacciones comerciales finas (Pesado de oro y piedras preciosas)
M ₁	Para usarse en la calibración inicial de pesas clase M ₂ y calibración periódica de instrumentos clase II
M ₂	Para usarse en la calibración inicial de pesas clase M ₃ y calibración periódica de instrumentos clase III y en transacciones comerciales.
M ₃	Para usarse en la calibración periódica de instrumentos clase III

La mayoría de las balanzas analíticas y balanzas de laboratorio se encuentran clasificadas como instrumentos clase I por lo cual tendrán que ser calibrados con la utilización de pesas clase E₂ o F₁, recomendándose el realizar la calibración con F₁ pero contar con un grupo de pesas E₂ para respaldo.

ANEXO 2
MUESTREO DE AGUA RESIDUAL
De acuerdo a NOM-CCA-016-ECOL/1993

Consideraciones generales

- Utilizar recipientes de polietileno o vidrio para contener a las muestras.
- Para análisis bacteriológicos el material de los recipientes debe ser resistente a las altas temperaturas y presiones.
- Los recipientes deben tener una capacidad mínima de 1 L. En análisis bacteriológicos con capacidad de volumen menor o igual a 250 mL.
- Se pueden utilizar muestreadores manuales o automáticos.
- Se deben tomar las muestras de agua en donde existan puntos de turbulencia. Cuando no haya turbulencia se tomará en el centro de la corriente.
- En el caso de pozos y tanques elevados se debe dejar fluir el agua de 5 a 10 minutos.
- En el caso de descargas de aguas residuales que fluyan libremente en forma de chorro, la muestra se toma directamente en la descarga.
- Cuando las descargas fluyan en canales o colectores se recomienda tomar las muestras en el centro del canal o colector, de preferencia en lugares donde el flujo sea turbulento.
- Se recomienda que las muestras compuestas, para que representen el promedio de las variaciones de los contaminantes.
- Las muestras compuestas se obtienen mezclando muestras simples en volúmenes proporcionales al gasto o flujo de descarga medido en el sitio y momento del muestreo.
- Las muestras compuestas se deben tomar de tal manera que cubran como mínimo las variaciones de la descarga durante las 24 horas.

Recomendaciones:

DETERMINACIÓN	MATERIAL DEL ENVASE	VOLUMEN MÍNIMO mL	TIPO DE ALMACENAMIENTO	TIEMPO MÁXIMO DE ALMACENAMIENTO
Análisis bacteriológico	Vidrio esterilizado	100	Refrigeración	6 h
Color	Vidrio, plástico	500	Refrigeración	48 h
Conductividad eléctrica	Vidrio, plástico	500	Refrigeración	28 días
Demanda bioquímica de oxígeno	Vidrio, plástico	1000	Refrigeración	6 h
Demanda química de oxígeno	Vidrio, plástico	100	Analizar inmediatamente o adicionar H ₂ SO ₄ hasta pH 2	7 días
Fenoles	Vidrio, plástico	500	Refrigerar y añadir H ₂ SO ₄ hasta pH 2	-
Grasas y aceites	Vidrio, plástico	1000	Refrigerar y añadir H ₂ SO ₄ hasta pH 2	28 días
Nitrógeno orgánico	Vidrio, plástico	500	Refrigerar y añadir H ₂ SO ₄ hasta pH 2	-
pH	Vidrio, plástico	-	Análisis inmediato	2 h
Temperatura	Vidrio, plástico	-	Análisis inmediato	-
Sólidos	Vidrio, plástico	-	Refrigeración	7 días

ANEXO 3 SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Recomendaciones generales

- 1) Es indispensable mantener la limpieza del laboratorio en todo momento ya que esto ayuda a evitar accidentes.
- 2) Siempre se debe usar bata de trabajo, lentes de seguridad y guantes de neopreno, que proporcionan cierta protección contra derrames o salpicaduras de ácidos o sustancias corrosivas.
- 3) Es necesario conocer las sustancias que se manejan y en especial las que representan riesgos en su manejo, con el propósito de tomar las precauciones pertinentes. Antes de trabajar con cualquier sustancia química, se debe leer su hoja de datos de seguridad para conocer los riesgos que esto implica, compatibilidad, como proceder en caso de un derrame y primeros auxilios.
- 4) Evite el uso de agitadores, probetas, vasos de precipitados, tubo de ensayo y material de vidrio en general con los bordes rotos o con filos cortantes.
- 5) Cuando se rompa material de vidrio se recomienda emplear una escoba para retirar fragmentos, nunca use directamente las manos para recogerlos. Si los fragmentos de vidrio son muy pequeños, se utiliza un trapo húmedo para que se adhieran y se tira a la basura sin tratar de sacudirlo o lavarlo para usarlo de nuevo.
- 6) Cuando se derrame alguna sustancia corrosiva o ácido sobre la mesa de trabajo o el piso, límpielos inmediatamente con las disoluciones adecuadas al caso, evitando cualquier contacto del producto con la piel. Consultar su hoja de datos de seguridad.
- 7) Ponga en orden el material de trabajo y dispuesto en tal forma que no se obstruyan sus operaciones. Guarde su material siempre limpio.
- 8) Nunca coloque el material de vidrio, instrumentos u otro equipo en las orillas de las mesas o anaqueles.
- 9) Todo frasco o envase que contenga sustancias o disoluciones debe estar perfectamente etiquetado para que en todo momento pueda saberse con exactitud su contenido.
- 10) Fíjese donde apoya sus brazos sobre la mesa de trabajo. Observe que no haya sustancias o materiales que puedan causarle algún daño.

- 11) Cuando mezcle productos químicos o realice experimentos en tubos de ensayo y demás recipientes, manténgalos lejos de su cara, así evitará daños por posibles proyecciones o salpicaduras.
- 12) La dilución de sustancias corrosivas debe hacerse siempre vaciando la sustancia sobre el agua y nunca a la inversa. Las evaporaciones se hacen dentro de una campana de extracción de gases, donde el vidrio de la puerta proporcionará alguna protección.
- 13) Es conveniente usar careta frente a equipos de vidrio o dentro de una campana cuando hay un disolvente o destilación al vacío, o bien, frente a cualquier reacción donde haya posibilidad de que se rompa el material de vidrio, donde haya una reacción violenta, o donde se desconoce el riesgo que pueda existir.
- 14) Cuando se transfieren volúmenes mayores de ácidos o sustancias corrosivas es recomendable el uso de gafas protectoras. Es conveniente el uso de guantes de hule o neopreno para proteger las manos.
- 15) Antes de manejar frascos, tubos de ensayo o instrumentos, séquese las manos para evitar que se deslicen de ellas.
- 16) Al manejar recipientes calientes hágalo con guantes de asbesto o amianto o bien, si son recipientes chicos, utilice pinzas de madera o de metal apropiadas para ello.
- 17) Cuando intente insertar un tubo de vidrio en el orificio de un tapón, sujete el tubo envuelto en un trapo seco mientras lo inserta ya que lo protegerá de cualquier rotura accidental del vidrio.
- 18) Cuando le caiga sobre la piel ácido o sustancias corrosivas, o bien cuando desafortunadamente se encienda su ropa recuerde siempre donde se encuentra el lavaojos o la regadera de emergencia.
- 19) Todos los productos flamables o explosivos deben mantenerse alejados de los quemadores o fuentes de calor. Utilice nidos o placas de calentamiento si necesita calentar dichos productos, nunca a flama directa.
- 20) Evite guardar en su gabinete recipientes o trapos húmedos con productos flamables o explosivos. Cuando sea necesario, guárdelos herméticamente cerrados, recuerde que al evaporarse forman mezclas capaces de causar un incendio o explosión.
- 21) No conecte estufas eléctricas ni otro tipo de contactos o instalaciones con las manos húmedas o parado sobre pisos húmedos ya que esto puede ser la causa de un choque eléctrico.
- 22) Si sufre una quemadura química sobre la piel o membranas mucosas, lavase inmediatamente la zona afectada con grandes cantidades de agua.

23) Industrialmente ha dado buenos resultados aplicar hielo o sumergir la parte afectada en agua fría en quemaduras químicas de primero y segundo grado y aún quemaduras por calor; manteniéndola así mientras se soporte el frío según la magnitud de las quemaduras.

24) Cuando le caiga ácido o sustancias cáusticas a los ojos, lávelos inmediatamente con agua abundante durante 15 minutos cuando menos.

25) Durante la irrigación, y para asegurarse de que el agua llegue al globo ocular, separe los párpados con los dedos pulgar e índice. Para un mejor lavado se puede sumergir la cabeza en un recipiente con agua, utilizar un lava-ojos o una pizeta, moviendo continuamente el ojo. Solicite atención médica inmediata.

26) El laboratorio debe de contar con señalamientos de seguridad en los que se indiquen las restricciones de fumar, comer, etc. además debe de contar con señalamientos que indiquen donde se encuentran las rutas de evacuación del laboratorio y las salidas de emergencia.

27) Mantener el cabello largo debidamente sujeto durante la estancia en el laboratorio.

28) Realizar evaluaciones periódicas del equipo de seguridad del laboratorio. (Regaderas, lavaojos, extintores, etc.).

ANEXO 4

Conceptos sobre masa y peso.

Una forma general de expresar una cantidad de sustancia presente en una muestra es el porcentaje en peso. Sin embargo, no importando la técnica analítica empleada al cuantificar a un constituyente buscado, invariablemente se debe conocer el peso de la muestra. Por ejemplo, si se realiza la determinación en forma gravimétrica, debe medirse también el peso del producto que contiene (o equivale a) el constituyente a determinar; en el caso de los métodos volumétricos de análisis se debe preparar disoluciones patrón a través de la pesada exacta de patrones primarios.

A partir de estos dos ejemplos sencillos, es obvio que la balanza analítica es el instrumento más importante en análisis químico, pero a pesar de ser una de las operaciones (pesar) más comunes y cotidianas su comprensión no es completa.

Hay dos conceptos de gran importancia que están relacionados y que deben comprenderse claramente:

- a) El concepto de masa, y
- b) El hecho de que un individuo (metrólogo) puede hacer uso de un instrumento de medida para determinar la masa de un objeto desconocido en términos de una unidad de medición aceptada, por ejemplo el kilogramo.

Con la finalidad de comprender de manera completa lo anterior a continuación se da algunas definiciones de términos y conceptos relacionados a la determinación de la masa de un cuerpo.

DEFINICIONES DE TERMINOS Y CONCEPTOS.

- 1) Metrología legal: disposiciones de los gobiernos para asegurar el interés de grandes sectores de la población.
- 2) Masa: la masa de un cuerpo es una medida de la cantidad de materia que contiene y es invariable.

Cada objeto de acuerdo a la segunda Ley de Newton posee una propiedad denominada masa la cual aparece como una constante de proporcionalidad que relaciona a la fuerza aplicada a este cuerpo y a la aceleración resultante del mismo.

$$F = d(mv)/dt$$

Si $m = \text{constante}$; $F = mdv/dt$ o

$$F = ma$$

Esto es lo que sucede con cuerpos que caen cerca de la superficie terrestre, es decir, todos los cuerpos caen hacia la tierra con la misma aceleración.

Peso: el peso de un cuerpo es una medida de la fuerza ejercida sobre él por la fuerza de atracción gravitacional de la tierra.

La masa de un cuerpo se mide por comparación de su masa con el de una masa conocida. Puesto que la fuerza de la gravedad varía con la latitud y altitud terrestre, el peso de un cuerpo es variable sin embargo, se puede tomar como un hecho experimental que sobre un área pequeña y plana de la superficie terrestre (tal como el espacio ocupado por un laboratorio de metrología), la aceleración de la gravedad, g es constante.

Basándose en lo anterior se puede afirmar que el peso es una fuerza y no una masa la cual se denota W sustituyendo la letra F por W .

$$W = mg$$

Pesar: es la acción de determinar la masa de un cuerpo a través de la comparación de su cuerpo con la de una masa conocida.

La balanza determina masa a través de medir una fuerza W (peso), la cual es convertida a unidades de masa por medio de una constante interna de la balanza.

$$W \implies \text{Algoritmo : } m = W/g$$

Efecto del empuje del aire: cualquier cuerpo sólido sumergido en un fluido (líquido o gas) sufre un empuje igual al peso del fluido que desplaza (Principio de Arquímedes).

Masa real: es el valor de la masa de un cuerpo en el vacío, ésta no cambia según la mecánica clásica.

Masa verdadera: Sea la masa verdadera, M_R^T , la correspondiente a un material de referencia con densidad ρ_R determinada a una densidad de referencia del aire $\rho_0 = 1,2 \text{ mg cm}^{-3}$ este valor es muy cercano a la densidad del aire a 20°C , a 50 % de humedad relativa y 760 mm Hg y una temperatura de referencia de 20°C .

Masa aparente: La masa aparente, M_X^A , de un objeto X es igual a la masa verdadera, M_R^T , de suficiente material de referencia para producir una lectura en la balanza igual a aquella producida por el objeto X , si las mediciones se realizaran a una temperatura t_0 a una densidad del aire ρ_0 .

Masa convencional: La recomendación N° 33 de las OIML, establece que el valor convencional del resultado de pesar un cuerpo en el aire es igual a la masa de un patrón, de densidad elegida convencionalmente, a una temperatura convencionalmente elegida, la cual balancea este cuerpo a esta temperatura de referencia en aire de densidad convencional. Los valores de estas constantes físicas incluidas en esta definición son:

Temperatura de referencia:	20 °C
Densidad del patrón a 20 °C:	8000 kg/m ³ (acero inoxidable)
Densidad del aire:	1,2 kg/m ³

La masa aparente, M_R^T , y la masa convencional, M , de un cuerpo son el resultado de pesar este cuerpo en aire. Tanto la masa aparente como la masa convencional están relacionadas a la masa verdadera (o masa en el vacío) y a la masa (masa real), respectivamente.

Masa verdadera (o masa en el vacío) del objeto X = Masa o masa real

$$M_X^T = m$$

Masa aparente = Masa convencional

$$M_X^A = m$$