


UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y FARMACIA




**“CALIFICACIÓN DE BALANZA SEMI-ANALÍTICA MARCA
DENVER MODELO XS-2100 DE LABORATORIO DE
INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES COMO
CONTRIBUCIÓN AL CUMPLIMIENTO DE LOS
REQUISITOS DE LA NORMA ISO 17025/2005 PARA
LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN”**

Ingrid Morales Castillo
Química Farmacéutica

Guatemala, noviembre de 2013.

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y FARMACIA



**“CALIFICACIÓN DE BALANZA SEMI-ANALÍTICA MARCA
DENVER MODELO XS-2100 DE LABORATORIO DE
INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES COMO
CONTRIBUCIÓN AL CUMPLIMIENTO DE LOS REQUISITOS
DE LA NORMA ISO 17025/2005 PARA LABORATORIOS DE
ENSAYO Y CALIBRACIÓN”**

Informe de Tesis

Presentado por

Ingrid Morales Castillo

Para optar al título de
Química Farmacéutica

Guatemala, noviembre de 2013.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad de San Carlos de Guatemala, a la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia y a la escuela de Química Farmacéutica por brindarme los conocimientos que me permitirán desarrollarme en mi carrera.

A la Licenciada Aylin Santizo Juárez y Licenciada Julia Amparo García Bolaños:

Por haber respondido a cada una de mis consultas siempre que lo necesitaba, por su dirección en el proceso de elaboración de mi tesis, su paciencia, apoyo y ánimo porque cuando sentí que ya no podía siempre encontré en ustedes unas palabras de aliento y confianza para seguir trabajando.

Laboratorio de Investigación de Productos Naturales -LIPRONAT-.

DEDICATORIA

A DIOS:

Por haberme permitido llegar a este momento tan especial y haberme acompañado a lo largo de mi carrera dándome las fuerzas necesarias para superar obstáculos y dificultades.

A MIS PADRES:

Victoria de Morales y Ramiro Morales, les agradezco por siempre contar con su apoyo en todo momento. En especial a mi mamá por ser el pilar más importante en mi vida y demostrarme tu apoyo incondicional en todo momento.

A MI ABUELITA:

Julia Mollinedo, por su cariño, consentirme, cuidarme y estar conmigo en todo momento.

A MI HERMANA:

María Inés Morales, gracias por estar conmigo y apoyarme siempre.

A ESA PERSONA ESPECIAL:

Por su apoyo y siempre alentarme para continuar.

A MIS AMIGOS:

Por haber hecho mi etapa universitaria un trayecto de alegrías y de momentos que nunca olvidare.

A MI FAMILIA:

Por todo su cariño y apoyo.

JUNTA DIRECTIVA

Oscar Cobar Pinto, Ph.D.	Decano
Lic. Pablo Ernesto Oliva Soto, M.A.	Secretario
Licda. Liliana Vides de Urizar	Vocal I
Dr. Sergio Alejandro Melgar Valladares	Vocal II
Lic. Luis Antonio Gálvez Sanchinelli	Vocal III
Br. Fayver Manuel de León Mayorga	Vocal IV
Br. Maily Graciela Córdova Audón	Vocal V

ÍNDICE

1. RESUMEN.....	1
2. INTRODUCCIÓN	3
3. ANTECEDENTES	4
4. JUSTIFICACIÓN.....	12
5. OBJETIVOS	13
6. HIPÓTESIS	14
7. MATERIALES Y MÉTODOS.....	15
8. RESULTADOS.....	23
9. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	38
10. CONCLUSIONES	45
11. RECOMENDACIONES	47
12. REFERENCIAS	48
13. ANEXOS.....	52

1. RESUMEN

En el presente trabajo se realizó la calificación de la balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS-2100 del Laboratorio de Investigación de Productos Naturales, LIPRONAT cumpliendo con los requisitos de la norma ISO 17 025:2005 para laboratorios de ensayo y calibración.

Esta investigación es un antecedente importante en la calificación de otros equipos de pesado y medición de laboratorio LIPRONAT y otros laboratorios de análisis. Además de que contribuye directamente a la validación de metodologías de análisis en el futuro.

El proceso se realizó a través de dos etapas:

- Calificación de la Instalación del equipo:
Información documentada respecto a los componentes principales del equipo y su función, ubicación física, si está instalada adecuadamente respecto a las recomendaciones técnicas y recomendaciones del fabricante.
- Calificación de Operación de los equipos:
Realización de pruebas específicas, sensibilidad, repetibilidad, linealidad, reproducibilidad, para comprobar que la balanza semi-analítica funciona de acuerdo a sus especificaciones técnicas, es decir, está apta para realizar la función para lo que fue diseñada.

Los resultados de la calificación indican que se puede garantizar que la balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS-2100, se encuentra en las condiciones óptimas, según los resultados de las pruebas estadísticas. Por lo que se obtendrán resultados fiables al momento de realizar ensayos.

Esto beneficiará a todos los usuarios de laboratorio LIPRONAT, tanto de pregrado, tesis e investigadores y es una contribución valiosa para la acreditación según la norma ISO 17 025:2005.

Es importante determinar los períodos en que se va a realizar de nuevo la calibración para así contar con la trazabilidad de la documentación de la balanza semi-analitica marca Denver XS 2100, para asegurar la confiabilidad de las mediciones que se realicen, con el fin de poder detectar y corregir posibles fallas tratando de llevar a cabo mejoras continuas y mantener sus características metrológicas.

2. INTRODUCCIÓN

En la actualidad se requiere que los laboratorios sean reconocidos y competitivos ofreciendo servicios de calidad en sus procesos, por lo tanto es importante adoptar un sistema de calidad que permita asegurar y garantizar sus actividades.

El cumplimiento con los requisitos establecidos por la norma ISO 17 025:2005 permite demostrar que el laboratorio es competente técnicamente y capaz de generar resultados veraces y reproducibles.

Dentro de los requisitos establecidos por esta norma, se encuentran la validación de los métodos de análisis, por lo que es necesario realizar la calificación de cada equipo involucrado en el análisis a acreditar por el Laboratorio de Investigación de Productos Naturales.

En el presente trabajo de tesis se realizó la calificación de la balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS 2100, como contribución al cumplimiento de los requisitos establecidos por la norma de calidad citada con anterioridad.

El objetivo principal del presente trabajo es establecer si la balanza semi-analítica citada, es adecuada para la labor que realiza, que su instalación y operación ocurren de acuerdo a los requisitos aplicables y establecer los rangos de funcionamiento o desviación, durante su desempeño.

Para realizar la calificación de la balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS 2100 se verificó que se encuentre instalada según los requisitos aplicables y periódicamente se verificó su funcionamiento con patrones de referencia, estableciendo su comportamiento frente a las condiciones ambientales en las que se encuentra y establecer si es adecuada para la labor que realiza.

El presente trabajo además puede servir de antecedente a futuras investigaciones sobre la calificación de equipos de pesado y medición o bien cualquier otro equipo que intervenga en la realización de algún análisis de laboratorio que vaya a ser acreditado.

3. ANTECEDENTES

3.1. Marco Conceptual

3.1.1. Conceptos

3.1.1.1. Calibración: conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones especificadas, la relación entre los valores indicados por un instrumento o sistema de medición (especialmente de pesada), registro y control, o los valores representados por una medición de material con los correspondientes valores conocidos de un estándar de referencia. Deben establecerse los límites de aceptación de los resultados de la medición. (Faruña Hurtado, 2006)

3.1.1.2. Calificación: Acciones realizadas para establecer evidencia documentada de que un equipo funciona correctamente. Corresponde a realizar pruebas o ensayos a un equipo que es vital en un proceso de fabricación o análisis, comparar los resultados contra especificaciones o normas de calidades internacionales o nacionales y así determinar si es apto para asegurar un producto final de calidad o la veracidad de los resultados obtenidos.

3.1.1.3. Calificación de equipo: Acción de probar y documentar que cualquier equipo analítico o de producción cumple con las especificaciones requeridas y funciona adecuadamente para su uso previsto.

3.1.1.4. Etapas de una calificación:

La calificación de un equipo se realiza en tres etapas sucesivas

- Calificación de la Instalación (I.Q.: *Installation qualification*): Verificación documentada de que los aspectos claves de la instalación cumplen las especificaciones técnicas y las recomendaciones del fabricante. Asegura que el equipo está instalado adecuadamente. En esta etapa se recolecta toda la información de identificación, la ubicación, los requisitos de servicios básicos, las

conexiones y toda medida de seguridad del equipo que sea preciso documentar.

- Calificación de la Operación (O.Q.: Operational Qualification): Verificación a través de la puesta en marcha del equipo que funciona adecuadamente, es decir, cumple con los parámetros de operación para los que ha sido diseñado. Demuestra que funciona según lo previsto. En esta etapa se someten a prueba todos los controles de operación bajo condiciones normales y bajo condiciones extremas como por ejemplo el reinicio de un equipo después de un corte de luz, todos los puntos de alarma, interruptores, dispositivos visualizadores y cualquier otra indicación de operación y función.
- Calificación de Desempeño (PQ): (P.Q: Performance *Qualification*): Verificación a través del control de parámetros críticos de funcionamiento que el equipo funciona en forma efectiva y estable en el tiempo. Demuestra la efectividad y reproducibilidad del funcionamiento del equipo en el tiempo. Es la verificación que el equipo funciona en la forma esperada y es capaz de operar satisfactoriamente sobre todo el rango de los parámetros operacionales para el que ha sido diseñado.

3.1.1.5. Exactitud: El grado de concordancia de los resultados del ensayo con el valor real o la proximidad al valor real de los resultados obtenidos por el procedimiento.

3.1.1.6. Incertidumbre de la medición: Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de valores cuantitativos que se atribuyen a un mensurando (analito), basándose en la información usada.

3.1.1.7. Linealidad: capacidad o habilidad de una balanza para lograr lecturas exactas de peso de masas menores a la de su capacidad total. Si se dibujara una gráfica entre peso, comparado con la indicación de peso en una balanza perfectamente lineal, el resultado final sería una línea recta.

Para determinar el error de linealidad de una balanza, se deben utilizar masas certificadas.

- 3.1.1.8. Masas certificadas: masas que cumplen con las tolerancias definidas por los entes de certificación.
- 3.1.1.9. Precisión: Grado de concordancia entre los resultados individuales cuando el procedimiento se aplica repetidamente a múltiples muestreos de una muestra homogénea. La precisión, por lo general expresada como desviación estándar relativa, puede ser considerada a tres niveles: repetibilidad (precisión bajo las mismas condiciones operativas durante un corto período de tiempo), precisión intermedia (dentro de las variaciones del laboratorio — días diferentes, analistas diferentes o equipos diferentes) y reproducibilidad (precisión entre laboratorios).
- 3.1.1.10. Sensibilidad: masa más pequeña que puede ser detectada por la balanza. También se entiende como la masa más pequeña que la balanza medirá correctamente.
- 3.1.1.11. Trazabilidad metrológica: Propiedad del resultado de una medición en que el resultado puede estar relacionado con una referencia a través de una cadena continua y documentada de calibraciones, contribuyendo cada una a la incertidumbre de la medición.
- 3.1.1.12. Validación: Establecer evidencia documentada, que proporciona alto grado de seguridad, de que un proceso específico producirá en forma consistente un producto que cumpla con sus especificaciones y atributos de calidad predeterminados. (Faruña Hurtado, 2006)

3.2. Diferencias entre la balanza semi-analítica y la analítica

3.2.1. Balanza analítica

Las balanzas analíticas suelen ser muy modernas y en vez de manejarse manualmente, cuentan por lo general con baterías y con un sistema electrónico que permite obtener con clara exactitud el peso específico de lo

que se está pesando, incluso con decimales y centésimas. (Definición de Balanza Analítica)

Instrumento para pesar cuya capacidad abarca un intervalo desde 1 gramo hasta algunos kilogramos, y con una sensibilidad de al menos una parte en 10^5 partes de su capacidad máxima. (Alonso Sierra, 2007)

3.2.2. Balanza semi-analítica

Son menos exactas que las balanzas analíticas y tienen menos sensibilidad. Sin embargo, tienen como ventajas ser más resistentes y tener una mayor capacidad. Estas balanzas pueden llegar a tener capacidades de hasta 25,000 gramos con una sensibilidad de ± 0.05 gramos. (Alonso Sierra, 2007)

3.2.3. Distintos usos de la balanza analítica y semi-analítica

Tabla 3. 1

Distintos usos de la balanza analítica y semi-analítica

Balanza Analítica	Balanza Semi-analítica
Preparación de patrones primarios gravimétricos	Preparación de reactivos que van a ser normalizados
Pesada de muestras para la determinación de su composición	Preparación de reactivos en exceso para síntesis u otro tipo de procesos
Pesada de reactivos limitantes que van a ser utilizados para medir rendimientos.	Preparación de disoluciones reguladoras de pH.

Fuente: (Martínez Iruaga, 2006)

3.3. Funcionamiento de la balanza semi-analítica

El mecanismo de funcionamiento de la balanza semi-analítica es sencillo, dispone de un plato único situado sobre un cilindro rodeado por una bobina y este sobre un imán. Una corriente pasa a través de la bobina produciendo un campo electromagnético. Si el plato está vacío la corriente se ajusta de modo que el brazo indicador está en posición cero. Cuando se coloca una carga en el plato, un registrador eléctrico acoplado al brazo de soporte cambia de posición, y transmite

una corriente a un amplificador que aumenta el flujo de corriente a través de la bobina y restablece el plato a su posición original. (Arderiu Fuentes, 1998)

Un objeto depositado en una balanza semi-analítica desplaza el platillo hacia abajo con una fuerza igual a $m \times g$, donde m es la masa del objeto y g es la aceleración de la gravedad. La balanza utiliza una fuerza electromagnética opuesta para llevar de nuevo el platillo a su posición original. La corriente eléctrica necesaria para producir esta fuerza es proporcional a la masa, cuyo valor se muestra en una pantalla digital.

Cuando se coloca una masa sobre el platillo, el detector de cero detecta un desplazamiento y envía una señal de error al circuito, que genera una corriente de corrección. Esta corriente circula por la espiral que está debajo del platillo de la balanza creando un campo magnético que es repelido por el imán permanente que se encuentra debajo del platillo. A medida que aumenta ese desplazamiento, la señal del detector de cero va disminuyendo. La corriente de corrección necesaria para llevar al sistema a su posición inicial es proporcional a la masa depositada sobre el platillo. (Harris, 2007)

3.4. Importancia y usos de la balanza semi-analítica en el laboratorio de análisis

En los laboratorios analíticos se usan con frecuencia balanzas menos precisas que las analíticas estas balanzas tienen la ventaja de mayor rapidez, robustez y gran capacidad, y se deben usar siempre que no se necesite una gran sensibilidad. (A. Skoog, 1997)

Entre las funciones que tiene la balanza semi-analítica destaca que es tenida en cuenta como un instrumento auxiliar de la balanza analítica, puesto que la precisión de la misma es un poco más baja. Por otro lado, puede llegar a tomar medidas mucho más grandes permitiendo así hacer mediciones de una manera mucho más sencilla y rápida, además de tener un precio mucho más barato y tener una mayor durabilidad. (Balanza Granatoria - Bascula Granatoria.)

3.5. Calibración de la balanza semi-analítica

El proceso de calibración de balanzas debe ser realizado por personal capacitado específicamente en esta actividad. Como aspecto fundamental se destaca que la calibración se debe realizar con base en los lineamientos establecidos e instituciones que han desarrollado metodologías para clasificar las pesas o masas patrón.

3.5.1. Antes de Calibración

- a. Limpiar las pesas a utilizar con acetona, utilizar guantes para evitar el contacto directo con la piel, ya que esta puede adherir sustancias (grasa) que alteran la medición.
- b. Limpiar con la brocha la superficie lisa, nivelada y libre de vibraciones.
- c. Nivelar la burbuja de aire que contiene la balanza.
- d. Determinar la temperatura de laboratorio y registrar.
- e. Determinar la humedad relativa y registrar. (Práctica No. 3 Calibración Balanza Analítica)

3.5.2. Calibración

El procedimiento a seguir se realizará en la balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS 2100.

- a. Asegurarse que la balanza haya sido cargada por lo menos 30 minutos antes de calibrar.
- b. Tarar con un recipiente vacío pulsando el botón de cero. En la pantalla debe de aparecer la lectura 0.0.
- c. Mantener oprimida el botón de cero hasta que la palabra “calibrar” aparezca en la pantalla.
- d. Colocar el peso de 2000 gramos de calibración en el centro del plato. El peso debe ser manipulado con guantes.
- e. En la pantalla debe aparecer “Cal 2000” y luego “Cal Ok”.
- f. Retirar el peso de calibración.
- g. Cuando en la pantalla aparezca 0.0, registrar la finalización de la calibración en el cuaderno de laboratorio.
- h. Si la pantalla da una lectura “No Cal” repetir los pasos c a la g con la pesa de calibración correcta.

- i. Completar la revisión de la calibración de la balanza y anotar los resultados en un cuaderno de laboratorio.

3.5.3. Control de Calibración

- a. Los resultados de todos los controles de calibración se harán constar en el cuaderno de laboratorio.
- b. Tarar la balanza presionando el botón Cero
- c. Realizar una verificación de calibración por lo menos con cuatro pesos.
 - El peso seleccionado para el control de verificación de calibración debe estar dentro del rango sobre el cual se utiliza.
 - Si la comprobación de la calibración se realiza después de una calibración completa se debe de utilizar todos los pesos indicados en Calibración de pesos chequeados y la tolerancia para la balanza Denver XS-2100 (Anexo 1 Tabla No. 1)
- d. Por cada uno de los pesos
 - Usar pinzas o guantes, transferir los pesos al centro del plato de la balanza.
 - Permitir que la balanza se estabilice por lo menos 4 segundos y registrar los resultados.
- e. Si no todos los pesos se encuentran dentro del rango establecido es necesario realizar una calibración de instrumentos. (HPD-97-Lab-310-1)

3.6. Importancia de la calificación de equipos analíticos para la validación de métodos analíticos

Un requisito básico es que las balanzas y otros instrumentos analíticos deben ser adecuados para el propósito para el que se estén utilizando, y deben también estar calibrados de forma apropiada. La calificación de equipos está ganando cada vez más importancia al asegurar la validez de los resultados.

El objetivo de la validación de un método analítico es demostrar la capacidad de proporcionar, de forma continuada y reproducible, resultados de acuerdo a unas especificaciones de calidad. (Gestión de la Calidad)

3.7. Otros estudios realizados sobre calificación de equipos

Después de la revisión bibliográfica acerca de la calificación del equipo así como la acreditación del LIPRONAT, se encontró una referencia de dicho proceso en el listado de tesis en la Biblioteca de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia, el cual se cita a continuación:

En su trabajo de tesis, Lesbia Mengala Guerra Urizar, 2011 titulado Evaluación del Laboratorio de Investigación en Productos Naturales –LIPRONAT- según la Norma COGUANOR NTG/ISO IEC 17 025. Elaboración de planes de mejora, manual de calidad y procedimientos requeridos por la norma, cita que es necesaria la calificación del equipo y lo indispensable para la acreditación así como las ventajas que trae en el mercado.

Se citan otras referencias encontradas relacionadas con dicho tema, Archila, C., 2009 titulado Implementación de un sistema de gestión de calidad basado en la norma ISO/IEC 17 025 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración” en un laboratorio de análisis. Universidad Rafael Landívar, Guatemala.

López, A., 2004 titulado Lineamientos para la acreditación de la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración según ISO 17 025. Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala.

Otro trabajo de tesis, Anabelly Carolina Franco Flores, 2002 titulado Guía para validar métodos analíticos nuevos o modificados para productos farmacéuticos.

Bayer, J., 1992 titulado La normalización como herramienta básica para la competencia de los mercados mundiales. Ponencia presentada en El Congreso Nacional de Calidad Total, ICAITI, Guatemala.

4. JUSTIFICACIÓN

Es importante que los instrumentos de medición se mantengan bajo control, esto con el fin de evaluar su desempeño y cumplir con los requisitos de la Norma ISO 17 025:2005 para laboratorios de ensayo y calibración; ya que estos deben cumplir con el propósito de uso establecido y se deben mantener en un estado de funcionamiento adecuado. Deben ser calibrados de acuerdo a patrones trazables, con la finalidad de demostrar la validez de sus resultados de medición.

El objeto de realizar dicha calificación del equipo es facilitar la preparación técnica del LIPRONAT para su acreditación, así como ofrecer servicios de calidad, respaldados en la confiabilidad y uniformidad de sus mediciones.

Entre otros beneficios, se va a brindar certeza en los resultados obtenidos lo que permitirá alcanzar el reconocimiento a nivel nacional; así como mantener la competitividad del laboratorio, por la confianza y seguridad en los análisis realizados.

Este reconocimiento, confianza y seguridad en los resultados obtenidos beneficiará a todos los estudiantes que hagan uso de los equipos, instalaciones y métodos de análisis de LIPRONAT, como parte de los requisitos de sus cursos de pregrado, como parte de su investigación de tesis; así como también, a los auxiliares de investigación e investigadores que realicen proyectos financiados por entes externos a la Facultad. Además se verán beneficiadas las personas interesadas que solicitan análisis externos al laboratorio.

Esta investigación será un antecedente importante en la calificación de otros equipos de pesado y medición de laboratorio LIPRONAT y otros laboratorios de análisis. Además de que contribuye directamente a la validación de metodologías de análisis en el futuro.

5. OBJETIVOS

5.1. Objetivo General

Realizar la calificación de la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100 del LIPRONAT cumpliendo con los requisitos de la norma ISO 17 025:2005 para laboratorios de ensayo y calibración.

5.2. Objetivos Específicos

- 5.2.1. Proponer un formato de protocolo de calificación para la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100.
- 5.2.2. Comprobar que la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100 se encuentra instalada según especificaciones fabricante.
- 5.2.3. Verificar que la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100 cumple con los parámetros de operación del fabricante.
- 5.2.4. Establecer el desempeño de la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100 a través de parámetros como: sensibilidad, linealidad, repetibilidad, reproducibilidad (precisión), exactitud e incertidumbre.
- 5.2.5. Analizar si la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100 es apropiada para el uso propuesto.

6. HIPÓTESIS

La Balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100 cumple con los criterios de calificación de equipos: sensibilidad, linealidad, repetibilidad, reproducibilidad (precisión), exactitud e incertidumbre.

7. MATERIALES Y MÉTODOS

7.1. Universo

Balanzas de los diferentes departamentos de la escuela de Química Farmacéutica

7.2. Muestra

Balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100, del laboratorio LIPRONAT.

Para evaluar los parámetros del desempeño de la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100 se realizaron mediciones con los pesos patrón disponibles proporcionados por el Departamento de Análisis Aplicado. Se llevaron a cabo 10 repeticiones de las pesadas a diez niveles de pesada, en el rango de peso comprendido entre 1.0 gramos y 2,000 gramos, durante un mismo día que fueron utilizados para evaluar la repetibilidad e incertidumbre de la muestra. Se hizo diez repeticiones diarias de diez niveles de pesada para evaluar la linealidad, exactitud y reproducibilidad. Finalmente se realizó tres repeticiones diarias durante diez días de tres niveles mínimos de pesada donde se evaluó la sensibilidad.

7.3. Diseño de la investigación

Estudio analítico: se evaluó la correlación entre los pesos teóricos y los valores experimentales de pesada.

7.4. Materiales

7.4.1. Recursos Humanos

- Investigadora: Br. Ingrid Morales Castillo
- Asesora: Licenciada Aylin Santizo Juárez
- Revisora: Licenciada Julia Amparo García Bolaños

7.4.2. Recursos Instituciones

- Laboratorio de Investigación de Productos Naturales
- Biblioteca de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia
- Biblioteca de la Universidad de San Carlos de Guatemala
- Básculas Armitia

7.4.3. Recursos Materiales

- Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025:2005- Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.
- Patrones de peso trazables
- Formatos de toma de datos elaborados en el protocolo de calificación propuesto.
- Manual de Buenas Prácticas de Manufactura
- Manual de Buenas Prácticas de Laboratorio
- Insumos de laboratorio
- Papelería y útiles de oficina
- Equipo de computación
- Cartuchos de Impresión
- Material de Encuadernación
- Discos compactos en blanco

7.5. Procedimiento

A continuación se detallan los pasos a seguir para alcanzar los objetivos propuestos. Se ha dividido el proceso en seis etapas que se describen a continuación:

7.5.1. Se revisó las especificaciones del fabricante con el fin de identificar e instalar la balanza semi-analítica de acuerdo a las mismas.

7.5.2. Se verificó que la balanza cumpla con los requisitos establecidos por la norma ISO 17 025:2005.

En el caso de la norma 17 025:2005, en el inciso 5.3 Equipo, establece que los equipos deben cumplir con los siguientes requisitos:

Los equipos utilizados para los ensayos, las calibraciones y el muestreo deben permitir lograr la exactitud requerida y deben cumplir con las especificaciones pertinentes para los ensayos o las calibraciones concernientes. Se deben establecer programas de calibración para las magnitudes o los valores esenciales de los instrumentos cuando dichas propiedades afecten significativamente a los resultados. Antes de poner en

servicio un equipo (incluido el utilizado para el muestreo) se lo debe calibrar o verificar con el fin de asegurar que responde a las exigencias especificadas del laboratorio y cumple las especificaciones normalizadas pertinentes. El equipo debe ser verificado o calibrado antes de su uso.

Cada equipo utilizado para los ensayos y las calibraciones, que sea importante para el resultado, debe, en la medida de lo posible, estar unívocamente identificado.

Se deben establecer registros de cada componente del equipamiento que sea importante para la realización de los ensayos o las calibraciones. Los registros deben incluir por lo menos lo siguiente:

- Identificación del equipo
- Nombre del fabricante, la identificación del modelo, el número de serie u otra identificación única.
- Verificaciones de la conformidad del equipo con la especificación;
- Ubicación actual, cuando corresponda;
- Instrucciones del fabricante, si están disponibles, o la referencia a su ubicación.
- Fechas, los resultados y las copias de los informes y de los certificados de todas las calibraciones, los ajustes, los criterios de aceptación, y la fecha prevista de la próxima calibración;
- Plan de mantenimiento, cuando corresponda, y el mantenimiento llevado a cabo hasta la fecha;
- Todo daño, mal funcionamiento, modificación o reparación del equipo.

Si se encuentra alguna no conformidad que influya directamente en la calidad y veracidad de los resultados obtenidos en el proceso de pesaje con la balanza DENVER XS 2100 se procede a corregirlo de manera que quede instalada de acuerdo a lo establecido por el protocolo de calificación propuesto en la presente investigación.

7.5.3. Se elaboró el protocolo de calificación

7.5.4. Se revisó el protocolo de calificación de equipos propuesto por la OMS.

7.5.5. Se propuso el protocolo de calificación de instalación y calificación de operación para la balanza DENVER XS 2100, tomando en cuenta los requisitos de la norma ISO 17 025:2005.

7.5.6. El protocolo de instalación verificó la existencia de aspectos como: descripción del equipo, identificación y especificaciones: identificó el equipo con marca, modelo, ubicación física, dimensiones, peso, capacidad de trabajo entre otros.

El protocolo de calificación de operación, estableció los requerimientos y pasos a seguir para identificar parámetros críticos del equipo, que son aquellos relevantes para el funcionamiento del equipo. Ver Anexo 2, Protocolo de Calificación.

El protocolo elaborado y sus partes se describen en el Anexo 2.

7.6. Se realizó operaciones y registro de datos

7.6.1. Se realizó la toma experimental de información en las instalaciones del laboratorio LIPRONAT.

7.6.2. Calificación de la instalación de la balanza

Se realizó la calificación de la instalación en donde se verificó que todos los aspectos de la instalación están de acuerdo con las recomendaciones del fabricante y corresponden a las especificaciones aprobadas. En donde se incluyó aspectos tales como:

- Se verificó que la balanza semi-analítica se encuentre en buenas condiciones de instalación según manual (limpieza, nivelación) y sin daños o golpes aparentes.
- Se verificó la existencia de procedimientos estándar de operación para el uso, calibración y la limpieza de la balanza.

- Se verificó que la balanza esté nivelada, se logra mediante mecanismos de ajuste roscado, ubicados en la base de la balanza y el nivel se obtiene centrando una burbuja sobre una escala visible en la parte frontal de la base de la balanza.
- Monitoreo y control de las condiciones ambientales a través de termohidrómetro. Tabulación y análisis de los resultados obtenidos para establecer el intervalo de variación de la temperatura y humedad relativa en la que se encuentra la balanza DENVER XS 2100.
- Se aseguró que se disponga de un ambiente que no presente corrientes de aire, cambios bruscos de temperatura y humedad así como que esté libre de polvo.
- Se realizó la verificación diaria de las condiciones ambientales y se mantuvo los registros de este.
- Se realizó y documento las acciones correctivas si fuera necesario

7.6.3. Calibración de la balanza DENVER XS 2100

7.6.3.1. Se contrató una empresa de calibración externa acreditada para realizar el proceso de calibración de la balanza.

7.6.3.2. Se verificó de patrones de peso disponibles proporcionados por el Departamento de Análisis aplicado versus los patrones de peso trazables de la empresa acreditada.

Peso teórico	Peso real en balanza Denver	Peso teórico de sus masas	Peso real en balanza DENVER	Desviación
100 mg	0.1 g	100 mg	0	

7.6.3.3. Se solicitó el informe del proceso realizado.

7.6.3.4. Documentación del proceso de calibración a través de fotografías.

7.6.4. Calificación operativa de la balanza.

Se realizó la calificación de operación donde se verificó que la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS 2100 funciona en la forma esperada y es capaz de operar satisfactoriamente sobre todo el rango de los parámetros operacionales para los que ha sido diseñada

- Monitoreo a través de un juego de pesas verificadas, el desempeño de la balanza semi-analítica en diez puntos distribuidos en el rango de peso comprendido entre 1 g y 2000 g.
- El monitoreo se realizó diariamente, recopilando al menos 30 mediciones para cada punto.

7.6.4.1. Análisis Estadístico

- Sensibilidad

Se evaluó por medio de la realización de 3 mediciones diarias de las pesas de 100, 200 y 500 mg durante 10 días. Se evaluó las desviaciones entre el peso teórico y el peso experimental; para considerar la balanza sensible, estas desviaciones no debieron ser mayores al 0.1 g.

- Linealidad

Se determinó a partir de la relación lineal entre los valores teóricos de la masa de las pesas y los registros de las pesadas de las mismas, mediante la evaluación de 10 pesas durante 10 días, se realizó tres repeticiones por día. El modelo matemático de la relación lineal se determinó con un análisis de regresión en Excel y así se obtuvo el coeficiente de determinación (que debe ser mayor a 0.998), el valor p de un análisis de varianza de la regresión con un nivel de significancia del 95%, y una gráfica de residuales para observar la distribución del error respecto al modelo teórico.

- Repetibilidad

Se determinó con los resultados de las pesadas de un mismo día e intervalos de tiempo cortos entre pesadas: se llevó a cabo cinco repeticiones de cada una de las diez pesas. Luego se calculó el

promedio, desviación estándar y coeficiente de variación para cada nivel. El coeficiente de variación de cada nivel debió ser menor al 3%.

- Reproducibilidad (precisión)

Se determinó con los resultados de las pesadas de diferentes días: se llevó a cabo tres repeticiones de cada una de las diez pesas durante 10 días. Luego se calculó el promedio, desviación estándar y coeficiente de variación para cada nivel de pesada. Además se realizó un análisis de varianza de dos vías, con un nivel de significancia $\alpha = 0.05$, para determinar que no existe diferencia de pesadas en función de los días cuando se bloqueó por los diferentes niveles de pesada.

- Exactitud

Se construyó un intervalo de confianza del 95% a partir del registro de las mediciones correspondientes a diez días y tres repeticiones diarias por cada una de las diez pesas. Se consideró cada nivel de pesada exacto si el intervalo estimado no se extiende más allá de los rangos de registro de pesadas establecido por el fabricante de la balanza, los cuales deben encontrarse ± 0.1 gramos. Se consideró una muestra de 10 niveles ($k = 10$) * 30 mediciones por nivel = 300, como se encontró algunos niveles de pesada cuyo intervalo de confianza sobrepase los rangos de exactitud establecidos por el fabricante se realizó otra prueba por medio de t de student para evaluar las diferencias entre los valores teóricos y los valores experimentales contra un valor igual a 0.1 g, con un nivel de significancia $\alpha = 0.05$; siendo la hipótesis nula que las diferencias entre los pesos teóricos y experimentales igual a 0.1 g.

- Incertidumbre

La evaluación de la incertidumbre se realizó según los lineamientos de la USP, que indica que tres veces el valor de la desviación estándar ($\pm 3s$) de no menos de diez repeticiones debe ser menor a 0.1. Se realizó el mismo día y con lapsos cortos entre mediciones 10 repeticiones de diez niveles diferentes de pesas. El rango lineal evaluado comprende entre 1 gramo a 2,000 gramos. Por último, se calculó las desviaciones estándar de cada

uno de los niveles y se obtuvo un promedio de las diferentes desviaciones.

7.6.5. Criterio de Aceptación

En base a los datos y cálculos obtenidos se determinó si la balanza semi-analítica cumplió con los requisitos establecidos por el fabricante, por la norma ISO 17 025:2005.

Además se estableció si la balanza semi-analítica marca DENVER XS2100 es apropiada para el uso propuesto.

A continuación se incluye el resumen de los resultados obtenidos del monitoreo y control de las condiciones ambientales.

8. RESULTADOS

8.1. Contenido del formato de protocolo de calificación para la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100

En Anexo 2 se observa el protocolo propuesto en la siguiente tabla se indican los aspectos mas importantes de cada etapa.

Tabla 8.1

Contenido del formato de Protocolo de Calificación para la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100

ETAPA	ASPECTOS
Protocolo de Instalación	<ol style="list-style-type: none"> 1. Recopilación de información <ul style="list-style-type: none"> • Datos Generales • PEOS • Bitácora 2. Inspección visual <ul style="list-style-type: none"> • Aspecto Físico • Dimensiones • Ubicación • Instalación • Superficie • Instalación Eléctrica 3. Monitoreo de Temperatura y Humedad Relativa
Protocolo de Operación	<ol style="list-style-type: none"> 1. Calibración Externa 2. Verificación de Pesos Patrón 3. Sensibilidad 4. Repetibilidad 5. Linealidad 6. Incertidumbre

Fuente Datos Experimentales

8.2. Verificación de las condiciones de instalación de la balanza semi-analítica marca Denver XS-2100

Tabla 8.2

Verificación de las condiciones de instalación de la balanza semi-analítica marca Denver XS-2100

ASPECTO A VERIFICAR	CRITERIO	RESULTADO	ACCIÓN CORRECTIVA
Datos Generales	Contar con datos teóricos de la balanza semi-analítica los cuales deben coincidir con la placa del equipo y el manual de operación del fabricante.	Cumple	
PEOS	Se debe de contar con los PEOS mencionados y deben encontrarse completos y ordenados.	No Cumple	Se elaboró PEOS de: Calibración, Operación y Uso.
Bitácora	Debe indicar de forma ordenada: fecha, quien utilizo el equipo, cantidad a pesar y firma.	Cumple	
Aspecto Físico de la balanza semi-analítica	Respetar distancia mínima entre equipos. Debe de encontrarse libre de polvo y desgaste que afecte su funcionamiento. Todos presentes y funcionando correctamente.	Cumple (60 cm) No Cumple Cumple	Se gestionó para cambiar de lugar donde está ubicada pero por falta de espacio no se llevó a cabo.
Dimensiones	Las dimensiones establecidas son: Largo: 25 cm Ancho: 22 cm Alto: 6 cm	Cumple	
Ubicación	Dispone de toma de corriente en buen estado. Libre de vibraciones. Libre de corriente de aire y ambiente libre de polvo. Alejada de ventanas, mecheros y otro fuente de calor.	Cumple No Cumple No Cumple Cumple	Se realizó la gestión para ubicarla en otro lugar pero por falta de espacio físico no se llevó a cabo
Superficie	Se debe contar con una superficie plana, nivelada, firme y horizontal en donde el equipo no presente movimiento.	Cumple	
Instalación eléctrica	115 VAC a 12 VCD	Cumple (120V)	

Fuente Datos Experimentales

A continuación se incluye el resumen de los resultados obtenidos del monitoreo y control de las condiciones ambientales.

8.3. Evaluación de condiciones de temperatura y humedad relativa

Tabla 8. 3

Evaluación de las condiciones de temperatura y humedad relativa

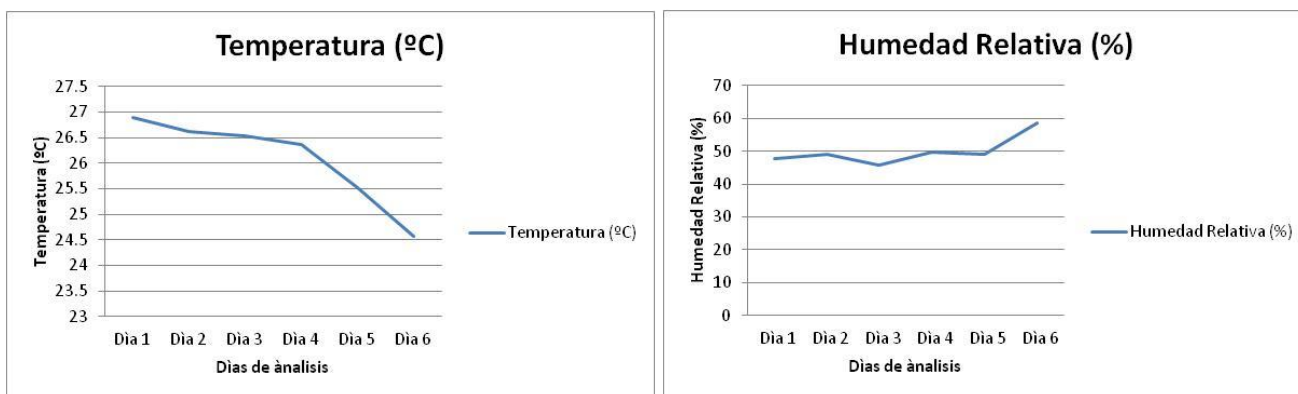
Día	Temperatura (°C)	Humedad Relativa (%) ¹
1	26.900 ± 0.2	47.667 ± 1.528
2	26.614 ± 0.256	49.143 ± 2.725
3	26.529 ± 0.281	45.905 ± 5.375
4	26.367 ± 0.162	49.762 ± 1.044
5	25.529 ± 0.082	49.000 ± 1.038
6	24.564 ± 0.271	58.643 ± 2.234

Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

¹ Datos tomados en invierno

Gráfica 8.1

Humedad relativa y temperatura



Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

A continuación se incluyen los resultados de Verificación de pesos

8.4. Verificación de pesos patrón

Tabla 8.4

Verificación de pesos patrón

Valor teórico	Peso teórico de masas de empresa	Masas del laboratorio		Diferencia promedio
		Peso A (gramos)	Peso B (gramos)	
100 g	100	100	100	0
200 g	200	200	200	0
500 mg	500	499.9	500	0.05
100 mg	100	100	100	0
200 mg	200	200	200	0
500 g	500	500	500	0
150 g	150	150	150	0
50 g	50	50	50	0
20 g	20	20	20	0
10 g	10	10	10	0
5 g	5	5	5	0
2 g	2	2	2	0
1 g	1	1	1	0
2000 g	2000	1998.7	1999.5	0.9

Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

A continuación se incluye el resumen de los resultados obtenidos para la evaluación del desempeño de la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS 2100: Sensibilidad, Linealidad, Repetibilidad, Reproducibilidad, Exactitud e Incertidumbre.

8.5. Sensibilidad

Tabla 8.5

Promedio y desviación estándar para evaluar la sensibilidad de la balanza con niveles de pesada de 100, 200 y 500 mg ($n * k = 30 * 3$)¹, bloqueo por niveles de pesada.

Nivel de pesada	Promedio	Desviación Estándar	Dictamen
100 mg	0.1	0	Cumple
200 mg	0.2	0	Cumple
500 mg	0.5	0	Cumple

Fuente: Base de datos tomados del estudio en el LIPRONAT

¹ n = muestra por nivel de pesada, k= número de niveles de pesada

Interpretación: En la tabla anterior con base al criterio de la desviación estándar para los 3 niveles de pesada se consideró la balanza sensible.

8.6. Linealidad

Tabla 8.6

Análisis de regresión para evaluar la linealidad entre los pesos teóricos de las pesas y las lecturas de pesada ($n \cdot k = 30 \cdot 10$)¹

Estadístico	Valor	Dictamen
Coefficiente de determinación (r^2)	0.945	Cumple
Valor p prueba de t para coeficiente de correlación poblacional, nivel de significancia $\alpha = 0.05$	1.92E-146	Cumple

Fuente: Base de datos del estudio, análisis en Excel

¹ n = muestra por nivel de pesada, k= número de niveles de pesada

* Ho: El coeficiente de regresión poblacional = 0

Tabla 8.7

Análisis de regresión para evaluar la linealidad entre los pesos teóricos de las pesas y las lecturas de pesada ($n \cdot k = 30 \cdot 10$)¹

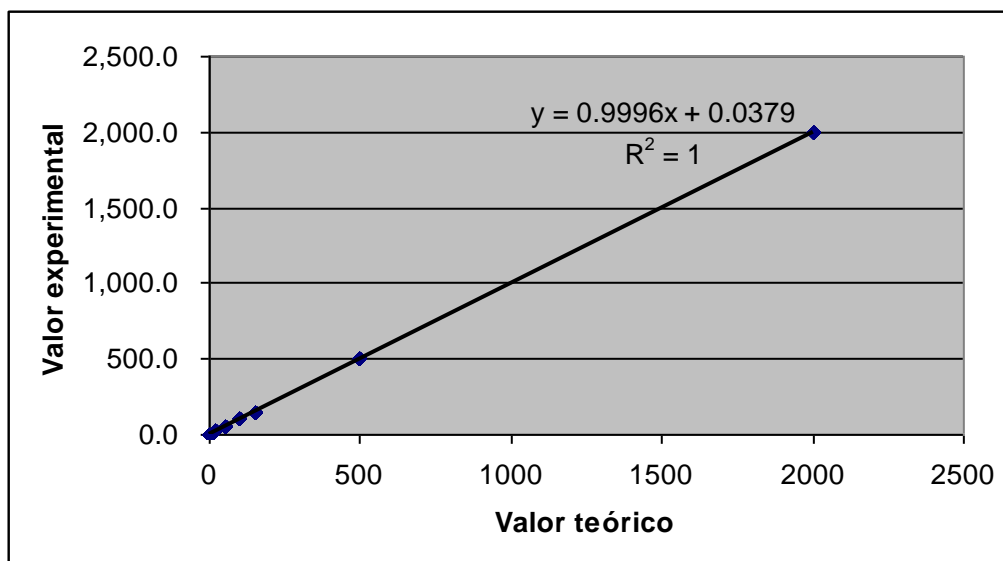
Estadístico	Valor	Dictamen
Coefficiente de determinación (r^2)	0.9999998	Cumple
Modelo lineal de regresión	$Y = 0.0379 + 0.9996X$	No aplica
Valor p análisis de varianza de la regresión, nivel de significancia $\alpha = 0.05$	2.65E-51	Cumple

Fuente: Base de datos del estudio, análisis en Excel

¹ n = muestra por nivel de pesada, k= número de niveles de pesada

Gráfica 8.2

Relación entre los pesos teóricos de las pesas y las lecturas de pesada



Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

¹ n = muestra por nivel de pesada, k= número de niveles de pesada

8.7. Repetibilidad

Tabla 8.8

Promedio, desviación estándar y coeficiente de variación de los diferentes niveles de pesada para evaluar la repetibilidad ($n \cdot k = 10 \cdot 10$)¹

Promedio	Desv. Est.	CV	Dictamen
1.0	0	0.000%	Cumple
2.0	0	0.000%	Cumple
5.0	0	0.000%	Cumple
10.0	0	0.000%	Cumple
20.0	0	0.000%	Cumple
50.0	0	0.000%	Cumple
100.0	0.05163978	0.052%	Cumple
150.1	2.9959E-14	0.000%	Cumple
500.2	0.04830459	0.010%	Cumple
1,999.6	0.14944341	0.007%	Cumple

Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

Interpretación: En la tabla anterior se determina que tanto el coeficiente de variación de cada nivel de los coeficientes de variación cumplen, y se consideran que se conserva la repetibilidad en las mediciones realizadas en intervalos de corto tiempo.

¹ n = muestra por nivel de pesada, k= número de niveles de pesada

8.8. Reproducibilidad

Tabla 8.9

Desviación estándar y coeficiente de variación de muestras para evaluar la reproducibilidad en función de los 10 días diferentes de pesada ($n * k = 30 * 10$)¹

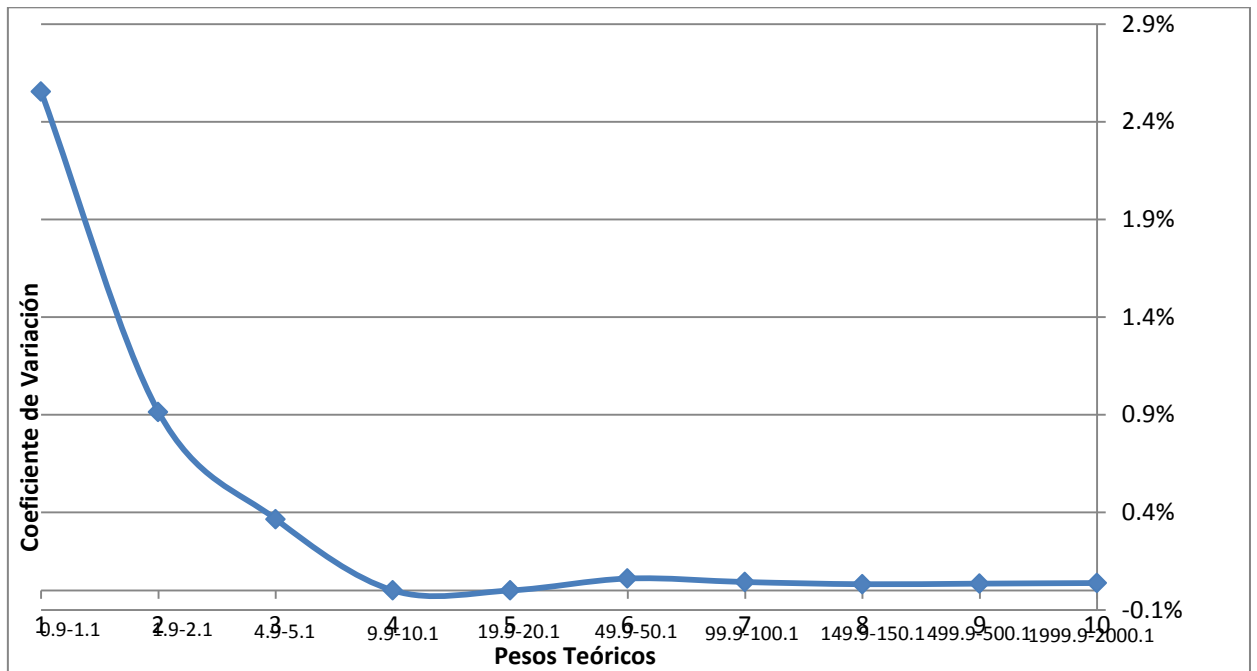
Peso Específico/Especificación	Media	Desviación Estándar	Dictamen	Coefficiente de variación	Dictamen
0.9 - 1.1 g	0.993	0.025	Cumple	2.554%	Cumple
1.9 - 2.1 g	1.997	0.018	Cumple	0.914%	Cumple
4.9 - 5.1 g	4.997	0.018	Cumple	0.365g	Cumple
9.9 - 10.1 g	10	0	Cumple	0.000%	Cumple
19.9 - 20.1 g	20	0	Cumple	0.000%	Cumple
49.9 - 50.1 g	50.01	0.0031	Cumple	0.061%	Cumple
99.9 - 100.1 g	100.013	0.043	Cumple	0.043%	Cumple
149.8 - 150.2 g	150.01	0.048	Cumple	0.032%	Cumple
499.8 - 500.2 g	500.003	0.173	No Cumple	0.035%	Cumple
1999.8 - 2000.2 g	1999.113	0.751	No Cumple	0.038%	Cumple

Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

¹ n = muestra por nivel de pesada, k= número de niveles de pesada

Gráfica 8.3

Perfil de Precisión



Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

Tabla 8.10 Promedio de los días

Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

Peso Teórico	Día 1	Día 2	Día 3	Día 4	Día 5	Día 6	Día 7	Día 8	Día 9	Día 10
1g	0.96667	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2g	1.96667	2	2	2	2	2	2	2	2	2
5g	4.96667	5	5	5	5	5	5	5	5	5
10g	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
20g	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
50g	50	50	50	50	50	50.03	50.06667	50	50	50
100g	100	100	100	99.96	100	100.03333	100.03	100.06667	100.03333	100
150g	150	150	149.96667	149.96667	150	150.03333	150.03333	150.06667	150.03333	150
500g	499.9	499.8	499.9	499.86667	499.86667	500.16667	500.23333	500.23333	500.06667	500
2000g	1998.76667	1998.4333	1998.9	1998.6	1998.16667	1999.3	2000.2333	2000.1	1999.43333	1999.2

Tabla 8.11

Análisis de la desviación estándar por promedio de días

Peso Teórico	Promedio de los días	± Desviación Estándar
1 g	0.99333	± 0.02537
2 g	1.99667	± 0.01825
5 g	4.99667	± 0.01825
10 g	10.00000	± 0.00000
20 g	20.00000	± 0.00000
50 g	50.01000	± 0.03051
100 g	100.01333	± 0.04342
150 g	150.01000	± 0.04806
500 g	500.00333	± 0.17317
2000 g	1999.11333	± 0.75142

Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

Tabla 8.12

Análisis de varianza de dos vías para evaluar la igualdad de medias en función de los 10 días diferentes de pesada ($n * k = 30 * 10$)¹, bloqueo por niveles de pesada

Origen de las variaciones	Valor p prueba de F*
Días	7.48183E-15

Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

* Ho: El promedio de los valores de pesada no varían en función de los días en que se realizaron las pesadas;

Ha: El promedio de los valores de pesada varían en función de los días en que se realizaron las pesadas.

Interpretación: Para esta prueba se anuló el efecto de los niveles de pesada, evaluando únicamente el efecto de los días, encontrando una diferencia estadísticamente significativa para las medias poblacionales de las pesadas en función de los días, quizá debido a las diferencias de las condiciones de humedad y temperatura.

¹ n = muestra por nivel de pesada, k= número de niveles de pesada

8.9. Exactitud

Tabla 8.13

Exactitud de pesada a diez niveles diferentes, estimación con intervalo de confianza de 95% para la media poblacional ($n \cdot k = 30 \cdot 10$)¹

Peso teórico / especificación	Media	Desv. Est.	IC 95%		Dictamen
0.9 - 1.1 g	0.993	0.025	0.984	1.002	Cumple
1.9 - 2.1 g	1.997	0.018	1.990	2.003	Cumple
4.9 - 5.1 g	4.997	0.018	4.990	5.003	Cumple
9.9 - 10.1 g	10.000	0.000	----	----	Cumple
19.9 - 20.1 g	20.000	0.000	----	----	Cumple
49.9 - 50.1 g	50.010	0.031	49.999	50.021	Cumple
99.9 - 100.1 g	100.013	0.043	99.998	100.029	Cumple
149.8 - 150.2 g	150.010	0.048	149.993	150.027	Cumple
499.8 - 500.2 g	500.003	0.173	499.941	500.065	No Cumple
1999.8 - 2000.2 g	1999.113	0.751	1998.844	1999.382	No cumple

Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

Especificación: Valor teórico 0.1 gramos.

¹ n = muestra por nivel de pesada, k= número de niveles de pesada

Tabla 8.14

Prueba de t de student, contraste de la diferencia promedio entre los valores teóricos y experimentales, nivel de significancia del 95%, $(n * k = 30 * 1)^1$, nivel de pesada teórico de 2000 g.

t student calculado	Valor p correspondiente a una cola*
1.70	0.0001

Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

* Ho: $X_e - X_t = 0.1$ g;

Ha: $X_t - X_e > 0.1$ g.

- 1 n = muestra por nivel de pesada, k= número de niveles de pesada
- 2 X_e = valor experimental; X_t = valor teórico

Interpretación: Debido a que el rango de pesada de 2,000 gramos tiene valores por encima del $\pm 0.1\%$ según especificación, se comparó la diferencia entre peso teórico y experimental de ese nivel para las diez repeticiones en conjunto (promedio de las diez pesadas) contra el valor teórico y se observó que es diferente, por tanto ese nivel no es exacto.

* Cantidad de réplicas por cada nivel son treinta.

8.10. Incertidumbre

Tabla 8.15

Evaluación de la incertidumbre de la balanza ($n * k = 10 * 10$)¹

Peso teórico (gramos)	± 3ds	Incertidumbre	Dictamen
0.9 - 1.1	0.0000	0.0000	Cumple
1.9 - 2.1	0.0000	0.0000	Cumple
4.9 - 5.1	0.0000	0.0000	Cumple
9.9 - 10.1	0.0000	0.0000	Cumple
19.9 - 20.1	0.0000	0.0000	Cumple
49.9 - 50.1	0.0000	0.0000	Cumple
99.9 - 100.1	0.1549	0.0015	Cumple
149.8 - 150.2	0.0000	0.0000	Cumple
499.8 - 500.2	0.1449	0.0003	Cumple
1999.8 - 2000.2	0.4483	0.0002	Cumple

Fuente: base de datos, manejo de datos en Excel

Nota: La incertidumbre se calculó como $3 * \text{desv estándar}$ de las lecturas de pesada y se dividió entre la cantidad pesada, valor que no debía exceder 0.1 para cumplir.

Interpretación: Del rango de pesaje de 1 g a 50 g al igual que en 150 g no hubo variación por lo tanto la incertidumbre es 0.

¹ n = muestra por nivel de pesada, k= número de niveles de pesada

9. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La calibración de instrumentos, patrones de medición y la certificación de materiales de referencia constituyen un elemento principal al momento de extender la trazabilidad de las mediciones.

Es importante que los instrumentos de medición se mantengan bajo control, con el fin de evaluar su desempeño y cumplir con los requisitos de la Norma ISO 17 025:2005, que solicita a los laboratorios de ensayo presentar evidencia que los instrumentos cumplen con el propósito de uso establecido, con un estado de mantenimiento adecuado y se encuentran calibrados a patrones nacionales o internacionales, con la finalidad de demostrar la validez de sus resultados de medición. (1-cervantes_edusfarm08-P-47, 16)

La calificación es la ejecución de pruebas, que determinan si el equipo posee los atributos requeridos para obtener resultados veraces y confiables. (Tecnyca: Calificación de Equipo)

Para realizar la Calificación de Equipo, se verificó la existencia de un Protocolo de Calificación. Al no existir dicha documentación se procedió a proponer un formato de protocolo de calificación para la balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS-2100, el cual se compone de dos secciones (Ver Anexo 3 y 8):

1. Calificación de instalación
2. Calificación de operación

El formato propuesto cuenta con estas dos secciones antes mencionadas en las cuales se explica el procedimiento a seguir para llevar a cabo la calificación del equipo, fue elaborado para que al momento de su aplicación facilite la recopilación y el análisis de la información.

Por medio de dicho protocolo se estableció el funcionamiento real de la balanza semi-analítica marca Denver XS-2100 y se identificaron los puntos en los que está fallando. Facilitaron los diferentes formatos el diagnóstico, evaluando las mejoras necesarias y proponiendo soluciones para solventar las desviaciones con los aspectos exigidos por el fabricante.

El formato elaborado fue bastante útil durante su aplicación, por lo que se puede tomar en cuenta para próximas calificaciones de balanzas semi-analíticas en la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia y otras instituciones. Permite realizar mejoras o cambios para asegurar la instalación y operación adecuada del equipo.

Al finalizar la calificación de instalación se determinó que de acuerdo al registro del protocolo de calificación de instalación hay ciertos aspectos con los cuales no cumple (Ver Anexo 6). Como puede observarse en el anexo antes mencionado, cumple con la mayoría de requerimientos; únicamente se encontraron algunas no conformidades como la falta de Procedimientos estándar de operación –PEOS-, por lo que se procedió a elaborar el de funcionamiento, calibración y limpieza de la balanza semi-analítica. (Ver Anexo 15,16 y 17).

La balanza semi-analítica no se localiza en un área libre vibraciones, aire y polvo ya que a la par donde está situada se encuentra un garrafón de agua potable por lo que cada vez que se cambia produce vibraciones. Por lo referente al aire y polvo no se encuentra en un área adecuada de pesaje presentando un ambiente con corrientes de aire y polvo. Dichos aspectos de instalación no cumplen, el motivo es que por la falta de espacio físico no se le puede asignar otro lugar en donde se evite el efecto de estos factores por lo que se llevó a cabo la calificación de operación en estas condiciones para determinar su influencia en los resultados obtenidos.

En forma general no se encontraron desviaciones de los datos obtenidos en la inspección física respecto de la información recopilada luego de la revisión de todo el material escrito disponible para la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100 por lo tanto, se justifica la aprobación de la calificación de instalación, ya que se comprueba que las especificaciones necesarias para mantener instalado el equipo se cumplen con la mayoría de requisitos por lo tanto puede ser utilizada para la operación asignada.

Se evaluaron las condiciones ambientales durante seis días a lo largo de los cuales se realizaron varias mediciones, en la Tabla 8.3, se observan los resultados este registro permitió evaluar su influencia en los datos obtenidos.

En cuanto a la temperatura se puede mencionar que no hubo mucha variabilidad manteniéndose en un rango aceptable de $24.564^{\circ}\text{C} - 26.900^{\circ}\text{C}$, ya que según las indicaciones del fabricante la temperatura debe encontrarse entre 15 a 40°C , por lo tanto se mantuvo dentro del rango establecido.

En cuanto a la humedad relativa esta presentó más dispersión entre 47.667% a 58.643%, las cuales se observan mejor en la Grafica No. 1, en las especificaciones del fabricante el porcentaje de humedad relativa no indica entre qué parámetros debe mantenerse pero otros documentos establecen que la ideal se encuentra entre el 45% y el 60%. En ningún caso deberá excederse el campo de medida entre el 20 y el 80%. (J.R., 2011) por lo que también cumple satisfactoriamente. Concluyendo que los resultados fueron aceptables de acuerdo a los parámetros, por lo que no puede considerarse que la temperatura y humedad influyeron directamente en el error, sino que pudo deberse a otros factores como la corriente de aire, vibraciones, entre otros.

En cuanto a la calificación de operación, de acuerdo al formato propuesto (Ver Anexo 8), se realizó dicha calificación, en esta se verificó la capacidad operativa de la balanza semi-analítica, se evaluaron algunos parámetros: sensibilidad, reproducibilidad, linealidad, incertidumbre entre otros para poder determinar la operatividad del mismo y así determinar si funciona correctamente el equipo.

De acuerdo lo establecido en la norma ISO 17 025 en el punto 5.5.2 menciona que los equipos para ensayo, calibración y muestreo, deben ser capaces de alcanzar la exactitud requerida y deben cumplir con las especificaciones pertinentes para los ensayos y/o calibraciones relacionadas. (Schmid, 2004)

Los resultados de las tomas de pesos durante los días de experimentación fueron registrados en su correspondiente formato de modo que se puede realizar la trazabilidad de estos datos.

Luego fueron evaluados, analizados y comparados contra los criterios de aceptación predeterminados. Estos deben cumplir los criterios de aceptación en caso de no ser así debe investigarse las desviaciones y los resultados fuera de los límites. Si estas desviaciones son aceptadas, debe ser justificado.

Como primera parte previo a la calificación de operación, se realizó la calibración externa para luego realizar la interna, fue hecha siguiendo el procedimiento de uso de la balanza y las instrucciones del fabricante.

Para evaluar el aspecto operativo de la balanza semi-analítica se realizó la calibración externa, a cargo de una empresa acreditada, Básculas Armitia. Reportando que la balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS-2100 cumple con los parámetros establecidos. (Ver Anexo 18)

Durante el proceso de calibración externa se realizó la verificación de los patrones de masa disponibles que fueron proporcionados por el Departamento de Análisis Aplicado versus los patrones de masa trazables de la empresa acreditada. Los resultados se resumen en la Tabla 8.2.

Es importante mencionar que antes de su uso se le realizó un tratamiento de limpieza con ácido cítrico al 10% al juego de pesas verificadas del Departamento de Análisis Aplicado. Se colocaron en baño ultrasónico durante un periodo de 3 horas efectuando 2 ciclos para asegurar su completa limpieza. Posteriormente se manipularon con guantes o pinzas para evitar el sesgo en las mediciones de masa.

Se verificaron los pesos de la empresa encargada de la calibración externa contra los pesos utilizados para realizar la calibración interna. No cumpliendo la masa de 500 g, pues la diferencia de promedio fue de 0.05, se toma como aceptable y la de 2000 gramos, teniendo una diferencia de 0.9 de promedio, tomando en cuenta este valor tan alto se determina que el factor que influyó en la obtención de dicho resultado fue que la balanza semi-analítica no se encuentra instalada en las condiciones óptimas. En cuanto al resto de comparación de masas presentan una variación aceptable.

El proceso de calibración externa y la comparación de pesas de la empresa contra las pesas de Análisis Aplicado fueron documentadas por medio de fotografías. (Ver Anexo No. 19).

Para la calibración interna se tomaron 10 puntos y de cada punto se realizaron medidas entre 1g y 2000g, efectuando series de pesadas, dichos puntos fueron distribuidos de tal manera que se cubriera el campo de medida y en intervalos representativos.

Se realizaron 30 repeticiones en cada punto, por medio del juego de pesas verificadas para establecer el desempeño de la balanza semi-analítica a través de métodos estadísticos.

La sensibilidad de la balanza semi-analítica es el valor mínimo de la magnitud que es capaz de medir. Para la balanza Denver modelo XS 2100 este valor es de 0.1 g, es decir que para masas inferiores a la citada puede presentar desviación. Por lo que para los diferentes niveles de pesada no se presentó variación entre los valores teóricos y los experimentales considerando que la balanza semi-analítica es sensible a estos tres niveles de pesada.

En cuanto a la linealidad, de acuerdo a la Tabla No. 8.7., el coeficiente de determinación indica que el modelo matemático de regresión lineal, representado por la ecuación $Y = 0.0001 + 0.0004X$, se ajusta muy bien a los datos experimentales pues este modelo explica más del 99.99 del error entre los datos experimentales y el modelo teórico. Finalmente, al realizar un análisis de varianza para la regresión, según el valor p encontrado, se observa que el modelo planteado tiene una relación lineal significativa (valor $p < 0.005$), por lo que al apoyarse en la Gráfica No. 8.3. se observa una respuesta lineal entre los pesos teóricos de las pesas y las lecturas de pesada, cumpliendo satisfactoriamente con dicho parámetro.

La repetibilidad, consistió en la colocación repetitiva en un día a intervalos de tiempo cortos de la misma carga en un rango de 1.0 gramos a 2,000 gramos en el receptor de carga, bajo condiciones idénticas tanto como sea posible. Se calculó el coeficiente de variación, dividiendo la desviación estándar dentro de la media aritmética. Se observó poca variabilidad entre las pesadas por lo que de forma individual se determinó que al ser este valor menor a 0.1 gramos, cumple con las especificaciones del fabricante. La literatura indica que el coeficiente de variación promedio debe de encontrarse menor al 3%, el dato obtenido es de 0.01% por lo que cumple con la literatura.

La reproducibilidad, la cual es la proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo peso bajo condiciones de medición que cambian, algunos factores de cambio pueden ser: observador, instrumento de medición, lugar, condiciones de uso, tiempo. (Exactitud y Precisión)

De acuerdo a la Tabla 8.9., primero se evaluó por medio de la desviación estándar, en donde los niveles de pesada de 500 g y 2,000 g variaron debido a que las condiciones ambientales no son las óptimas influenciando en la toma de pesos.

Como no cumplió en algunos rangos de pesada se calculó por el coeficiente de variación, cumpliendo para todos los niveles de pesada.

Se realizó un análisis de varianza para evaluar si el promedio de los valores varía en función de los días y se obtuvo un valor $p < 0.0001$ por lo que se rechaza la hipótesis nula y se concluye que los valores obtenidos varían en función de los días por lo tanto si cumplió con las especificaciones.

La exactitud, es el grado de concordancia entre el valor verdadero y el experimental. En la Tabla 8.13., se observa que para los niveles de pesada de 500 g y 2,000 g no resultó exacta, esto pudo deberse a factores como la temperatura ambiental, ya que un cambio de 1 ó 2 °C reduce la exactitud. Por lo que se concluye que la balanza cumple con las especificaciones en cuanto a exactitud en el rango de 0 g a 150 g únicamente.

También se consideró que en el protocolo de calificación de instalación no se cumplió a cabalidad, debido a que la ubicación no es la idónea por lo tanto este es otro factor que influye en los pesajes.

Con el resto de pesadas la balanza semi-analítica es exacta ya que las medidas realizadas todas son muy próximas al valor verdadero de la magnitud medida. Determinando que si se repitiera el muestreo bajo condiciones similares se obtendrían en 95 de 100 veces que la media se ubicaría entre no más allá de los valores mínimo y máximo del intervalo.

La incertidumbre, de acuerdo a la Tabla 8.15. cumplió para todos los niveles de pesada, encontrándose dentro de los rangos propuestos en la literatura, ya que no debe exceder 0.1, según la farmacopea (USP-NF, XXIII, Biological Tests, Apparatus for tests and Assays, «41» Weights and balances) se define para la incertidumbre de medida $\pm \mu$ una tolerancia de error de 0,1% con una desviación típica triple de 10 mediciones. (Tinazzi, 2002), se tomó dicha referencia ya que en las especificaciones del fabricante no determina el valor teórico.

Al cumplir con todas las mediciones propuestas en el protocolo de operación, se determina que hay ciertos rangos de pesada, 1 g, 2g, 5g, 500g y 2,000g, en algunas medidas estadísticas, reproducibilidad y exactitud, que no cumplen según las especificaciones del fabricante. Esto puede deberse a que el equipo no se encuentra instalado adecuadamente, lo que pudo repercutir de forma negativa en los datos obtenidos.

Concluyendo que en los intervalos de peso de 6g a 499 y 501 a 1999 se obtendrán resultados exactos y reproducibles.

Tomando en cuenta los valores obtenidos para los parámetros, sensibilidad, linealidad, repetibilidad, incertidumbre y precisión, se realiza un análisis global determinando que estos no salen de los límites aceptados por lo que se considera que al finalizar el estudio la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 cumple con la mayoría de parámetros evaluados por lo que es considerada apropiada para su uso.

Es importante que los instrumentos de medición en este caso la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 se mantenga bajo control, con la finalidad de evaluar su desempeño y cumplir con los requisitos de la Norma ISO 17 025:2005, 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 el objetivo de demostrar la validez de sus resultados de medición.

10. CONCLUSIONES

10.1 Se diseñó y ajustó un formato para las necesidades de calificación, este fue útil para recolectar los datos necesarios para su posterior análisis.

10.2 En el protocolo de instalación de la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 demuestra que cumple con la mayoría de requisitos que fueron evaluados por lo que se considera que puede ser utilizada para la operación asignada.

10.3 Se determinó que no cumplieron con las especificaciones del fabricante, en cuanto a ubicación, presencia de polvo y corrientes de aire en el protocolo de operación.

10.4 Para la sensibilidad se determinó que para los tres diferentes niveles de pesada evaluados la balanza semi-analítica marca Denver XS-2100 es sensible.

10.5 Para la linealidad, existe una respuesta lineal entre los pesos teóricos de las pesas y las lecturas de pesada en el rango lineal de 1 g a 2000 g.

10.6 Para la repetibilidad en los diferentes niveles de pesada evaluados, menor a 0.1 gramos, existe poca variabilidad entre las pesadas por lo que se considera que cumple satisfactoriamente.

10.7 Para la reproducibilidad, la balanza no cumplió con las especificaciones en los niveles de pesada de 500g y 2000g. Ya que los valores de pesadas varían en función de los días en fueron realizadas las pesadas.

10.8 Para la incertidumbre, todos los niveles de pesada cumplieron obteniendo valores no mayores a 0.1%.

10.9 La balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 cumple con los parámetros de operación para los que ha sido diseñada en el rango de 10g a 150g únicamente, por lo que los usuarios de la misma deberían tomar en cuenta que las mediciones serán exactas únicamente en este rango.

10.10 Los resultados obtenidos en este trabajo son una contribución al cumplimiento de los requisitos de la Norma ISO 17 025, en cuanto a los instrumentos de medición del LIPRONAT.

11. RECOMENDACIONES

11.1 Determinar los períodos en que se va a realizar de nuevo la calibración para contar con la trazabilidad y de esta manera se pueda disponer de la información que la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 y del mantenimiento de sus características metrológicas.

11.2 Cambiar de lugar la balanza semi-analítica a un área libre de vibración, corriente de aire y polvo ya que dichos factores pueden influenciar en cuanto a obtener los resultados correctos.

11.3 Aplicar el formato de Calificación de Equipo para otras balanzas semi-analíticas de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia.

11.4 Destinar fondos al mantenimiento y calibración de los equipos para mantenerlos en estados óptimos de operación.

11.5 Mantener bajo control todos los instrumentos de medición con la finalidad de evaluar su desempeño y cumplir con los requisitos de la Norma ISO 17 025.

12. REFERENCIAS

- (2005)., C. G. (2005). *Norma Técnica Guatemalteca. COGUANOR NTC/ISO/IEC 17025:2005. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*. Guatemala.
- 1-cervantes_edusfarm08-P-47. (2010 de marzo de 16). Recuperado el 23 de febrero de 2013, de DTA-CRI-014 V1 CAL EQUIPOS M QUIMICAS.doc:
<http://www.publicacions.ub.edu/revistes/edusfarm4/documentos/602.pdf>
- A. Skoog, D. E. (1997). En D. E. A. Skoog, *Fundamentos de Química Analítica* (págs. 802-804). Barcelona: Editorial Reverte, S.A.
- Acreditación., O. G. (s.f.). *Listado de Laboratorios Acreditados. Laboratorios de Análisis. Conforme la norma ISO/IEC 17025:2005*. Recuperado el 18 de abril de 2012, de http://www.oga.org.gt/organismos_acreditados.html
- Alonso Sierra, I. E. (2007). Experimentación Química Analítica. En I. E. Alonso Sierra, *Experimentación Química Analítica*. (pág. 145). Madrid: Editorial Dykinson.
- Arderiu Fuentes, X. E. (1998). En X. E. Arderiu Fuentes, *Bioquímica Clínica y Patología Molecular volumen II*. (págs. 140-143). Barcelona: Editorial Reverte, S.A.
- Balanza Granatoria - Bascula Granatoria*. (s.f.). Recuperado el 28 de abril de 2012, de <http://www.balanzagranataria.com/>
- Bermejo Garcia, M. J. (2006). En M. J. Bermejo Garcia, *Personal Laboral, Auxiliares de Laboratorios* (págs. 82-85). España: Mad, S.L.
- Bermejo Garcia, M. J. (2006). Instrumentos de Pesado. Balanza. En M. J. Bermejo Garcia, *Temario Especifico de Tecnico Especialista de Laboratorio* (págs. 255-263). España: Editorial MAD, S.L.
- Buenas Practicas de Manufactura*. (s.f.). Recuperado el 29 de abril de 2012, de <http://asesoriascablek.com/aiap/documentos/Informe%2032%20OMS.pdf>
- Cambronero Gomez, L. G. (2006). Sistema de Calidad y Modelos de Referencia para su Implantacion. En L. G. Cambronero Gomez, *Sistema de Mejora Continua de la Calidad en el Laboratorio, teoria y practica* (págs. 17-19). España: PUV, Universitat de Valencia.
- Capitulo 4, Balanzas*. (15 de Agosto de 2010). Recuperado el 14 de Abril de 2012, de http://www.laboratoriometrologico.com/wenv/file_data.php?id=223
- Coefficiente de Correlacion de Pearson-Wikipedia, la enciclopedia libre*. (s.f.). Recuperado el 11 de Abril de 2013, de Coeficiente de Correlacion de Pearson-Wikipedia, la enciclopedia libre: http://es.wikipedia.org/wiki/Coeficiente_de_correlaci%C3%B3n_de_Pearson

- Coeficiente de Determinaci3n-Wikipedia, la enciclopedia libre.* (s.f.). Recuperado el 11 de Abril de 2013, de Coeficiente de Determinaci3n-Wikipedia, la enciclopedia libre:
http://es.wikipedia.org/wiki/Coeficiente_de_determinaci%C3%B3n
- Coeficiente de Variaci3n-Wikipedia, enciclopedia libre.* (s.f.). Recuperado el 11 de Abril de 2013, de Coeficiente de Variaci3n-Wikipedia, enciclopedia libre:
http://es.wikipedia.org/wiki/Coeficiente_de_variaci%C3%B3n
- Definici3n de Balanza Anal3tica.* (s.f.). Recuperado el 26 de abril de 2012, de
<http://www.definicionabc.com/tecnologia/balanza-analitica.php>
- Denver. (09 de Mayo de 2005). *Denver Equipment Company Handbook.* Recuperado el 14 de Abril de 2012, de <http://www.denvermineral.com/Pdfs/DECOAAPCS.pdf>
- Desviacion Estandar-Wikipedia, la enciclopedia libre.* (s.f.). Recuperado el 11 de abril de 2013, de Desviacion Estandar-Wikipedia, la enciclopedia libre:
http://es.wikipedia.org/wiki/Desviaci%C3%B3n_est%C3%A1ndar
- Espina Fernandez, C. E. (2005). ISO 17025: 1999. Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibracion. En C. E. Espina Fernandez, *Gestion de la Calidad en el Laboratorio Clinico* (págs. 21-22). España: Editorial Medica Panamericana.
- Exactitud y Precisi3n.* (s.f.). Recuperado el 17 de Febrero de 2013, de Cesat, Centro de Servicio de Alta Tecnologia:
http://www.upaep.cesat.com.mx/index.php?option=com_content&view=article&id=28:exactitud-y-precision&catid=11:metrologia&Itemid=14
- Faruña Hurtado, C. (2006). *Calificaci3n de Equipos que participan en el proceso de encapsulaci3n y en el sistema de calefacci3n, ventilaci3n y aire acondicionado.* Chile.
- Gesti3n de la Calidad.* (s.f.). Recuperado el 28 de abril de 2012, de
http://es.mt.com/es/es/home/supportive_content/know_how/QM_Equipment_Qualification_SP.html
- Girardete. (10 de Noviembre de 1998). *Guia de la OMS sobre los requisitos practicos adecuados de fabricacion (PAF) Segunda parte: Validacion.* Recuperado el 25 de abril de 2012, de www.9811.p65: <http://www.who.int/vaccines-documents/DocsPDF/www9811.pdf>
- Guerra Urizar, L. M. (Julio de 2011). Evaluaci3n del Laboratorio de Investigaci3n en Productos Naturales –LIPRONAT- seg3n la Norma COGUANOR NTG/ISO IEC 17-025. *Evaluaci3n del Laboratorio de Investigaci3n en Productos Naturales –LIPRONAT- seg3n la Norma COGUANOR NTG/ISO IEC 17-025.* Guatemala.
- Harris, D. (2007). En D. Harris, *Análisis Químico Cuantitativo.* (págs. 26-28). España: Editorial Reverte, S.A.

HPD-97-Lab-310-1, U. D. (s.f.). *Calibration and Calibration checks of laboratory*. Recuperado el 20 de abril de 2012, de <https://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:qjJgC-WRPYcj:healthphysics.unlv.edu/procedures/10>

Intervalo de Confianza-Wikipedia, enciclopedia libre. (s.f.). Recuperado el 11 de Abril de 2013, de Intervalo de Confianza-Wikipedia, enciclopedia libre: http://es.wikipedia.org/wiki/Intervalo_de_confianza

J.R. (13 de Septiembre de 2011). *Balanzas*. Recuperado el 23 de Febrero de 2013, de Balanzas: <http://ocw.uv.es/ocw-formacio-permanent/9.BALANZAS.pdf>

Lopez, A. (2004). *Lineamientos para la acreditación de la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración según ISO 17025*. Guatemala.

Martinez Irreaga, J. (2006). En J. Martinez Irreaga, *Experimentación en Química General*. (págs. 22-24). Madrid: Editorial Paraninfo.

Microsoft PowerPoint - clases capitulo 1. (22 de Abril de 2010). Recuperado el 11 de Abril de 2013, de Microsoft PowerPoint - clases capitulo 1: https://www.u-cursos.cl/ingenieria/2010/1/IN3401/1/material_docente/bajar?id_material=281110

Pràctica No. 3 Calibración Balanza Analítica. (s.f.). Recuperado el 27 de abril de 2012, de <http://www.slideshare.net/mancillamartin/prctica-no-3-balanza-analitica-9557652>

Prueba t de Student-Wikipedia, la enciclopedia libre. (s.f.). Recuperado el 11 de abril de 2013, de Prueba t de Student-Wikipedia, la enciclopedia libre: http://es.wikipedia.org/wiki/Prueba_t_de_Student

Regresión Lineal y Exponencial. (s.f.). Recuperado el 11 de Abril de 2013, de Regresión Lineal y Exponencial: <http://www.zweigmedia.com/MundoReal/calctopic1/regression.html>

Schmid, W. (30 de Septiembre de 2004). *Simposio de Metrología 2004: DETERMINACIÓN DE INTERVALOS DE CALIBRACIÓN*. Recuperado el 23 de Febrero de 2013, de <http://www.cenam.mx/simposio2004/memorias/TA-011.pdf>

Standard, I. 1. (2005). *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*.

Student's t-distribution - Wikipedia, the free encyclopedia. (s.f.). Recuperado el 11 de Abril de 2013, de Student's t-distribution - Wikipedia, the free encyclopedia: http://en.wikipedia.org/wiki/T_student

Tarea sobre el Tema de Equipos-1. (s.f.). Recuperado el 03 de mayo de 2012, de <a title="View TAREA DE EQUIPOS on Scribd" href="http://es.scribd.com/doc/36406230/TAREA-DE-EQUIPOS" style="margin: 12px auto 6px auto; font-family: <http://es.scribd.com/doc/36406230/TAREA-DE-EQUIPOS>

Tecnyca: Calificación de Equipo. (s.f.). Recuperado el 26 de Febrero de 2013, de Tecnyca, Especialistas en Buenas Practicas: <http://www.tecnyca.com/calificaciondeequipos.htm>

Tinazzi, H. (07 de enero de 2002). *Balanzas Calidad*. Recuperado el 25 de febrero de 2013, de Balanzas Calidad: <http://todometrologia.ucoz.com/balanza/BalanzasCalidad.pdf>



Webster, A. (2001). Estadística para los negocios y la Economía. En A. Webster, *Estadística para los negocios y la Economía*. Mexico: Mc-Graw Hill.

13. ANEXOS**Anexo 1****Tabla No. 1**

Calibración de pesos chequeados y la tolerancia para la balanza Denver XS-2100.



Peso Actual (g)	Mínimo de peso (g)	Peso Máximo (g)
1	0.9	1.1
2	1.9	2.1
5	4.9	5.1
10	9.9	10.1
20	19.9	20.1
50	49.9	50.1
100	99.9	100.1
150	149.8	150.2
2000	2000.2	1999.8

Anexo 2 Protocolo de Calificación de Equipo

 LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN 
Protocolo de Calificación de Equipo
<p>OBJETIVO:</p> <p>Proporcionar evidencia documentada que demuestre que la balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS 2100 cumple con los requisitos de instalación y operación de acuerdo a lo establecido en las especificaciones del fabricante y la Norma ISO 17 025:2005; que permite obtener resultados confiables.</p> <p>ALCANCE:</p> <p>Realizar la Calificación de Instalación y Operación de la Balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS 2100 de acuerdo a lo establecido en este protocolo de calificación.</p> <p>RESPONSABILIDAD:</p> <p>Auxiliares de Investigación Tesistas Estudiantes Persona designada para realizar esta actividad.</p> <p>CONTENIDO DEL PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE EQUIPOS</p> <p>El protocolo de calificación para la balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS 2100 se encuentra distribuido en dos secciones: Calificación de Instalación y Calificación de Operación, cada una establecida en forma de tablas y agrupadas por las características que se evaluarán en cada una de estas etapas.</p> <p>Se debe de responder punto por punto indicando si el aspecto a evaluar cumple o no de acuerdo al criterio de aceptación establecido, en caso de cumplir colocar en el formato “Cumple” en caso contrario “No Cumple” e indicar en “No conformidades” la razón por la cual no se cumplió con el criterio del requisito planteado e indicar la medida a tomar o la mejora que se realizó y en dado caso justificar de por qué no se realizó (en caso de existir).</p> <p>FORMATOS DE CALIFICACIÓN</p> <p>Para demostrar en forma concisa los resultados obtenidos en las etapas de calificación de la instalación y operación al protocolo se anexan formatos de calificación, que sirven de guía para no pasar por alto ningún aspecto de la calificación del equipo. Cada uno de estos formatos cubre aspectos de instalación (identificación del equipo y sus componentes, instalación, datos generales, aspectos físicos, dimensiones, espacio, instalación eléctrica); operación (Verificación de pesos patrones, sensibilidad, linealidad, repetibilidad, reproducibilidad, exactitud e incertidumbre).</p> <p>REPORTE DE CALIFICACIÓN</p> <p>Al finalizar las etapas de la calificación de la balanza semi-analítica, se debe de reportar los resultados obtenidos e indicar las no conformidades así como los puntos de mejora que fueron realizados para cumplir con lo establecido en la Norma ISO 17 025:2005 satisfaciendo así los criterios de aceptación establecidos.</p> <p>Para llevar a cabo la Calificación de la Balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS-2100, se llevarán a cabo las siguientes verificaciones: Anexo 3 y 8</p> <ul style="list-style-type: none"> • Calificación de instalación • Calificación de operación

NOTA: Vigencia de dichos formularios hasta nueva actualización.

Anexo 3 Protocolo de Calificación de Instalación

 LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE INSTALACIÓN 	
<p>OBJETIVO:</p> <p>Comprobar que balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100 se encuentra correctamente instalada, que existe documentación técnica y cumpla con los requisitos de la norma ISO 17 025:2005.</p> <p>ALCANCE:</p> <p>Realizar la Calificación de Instalación de la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100 de acuerdo a lo establecido por la documentación técnica y los requisitos de la norma en ISO 17025:2005.</p> <p>RESPONSABILIDADES:</p> <p>Auxiliares de Investigación Tesistas Estudiantes Persona designada para realizar esta actividad.</p> <p>DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO:</p> <p>Balanza semi-analítica marca Denver modelo XS-2100, instalada en el Laboratorio de Investigación de Productos Naturales, está compuesta por: (Ver Anexo 4)</p> <ul style="list-style-type: none"> a. Platillo b. Pantalla Digital c. Cable de Conexión <p>La balanza semi-analítica tiene una capacidad de 2100 gramos y sus dimensiones son 25 centímetros de largo, 22 centímetros de ancho y 6 centímetros de alto. Cuenta con una pantalla fluorescente, donde muestra de forma rápida la cantidad a pesar. El tiempo de estabilización es de 2 segundos. El platillo es anti-corrosivo y su tamaño es de 5.5 pulgadas de diámetro.</p> <p>PROCEDIMIENTO:</p> <p>Se ha diseñado un formato para recopilar los datos de la calificación de instalación (Ver Anexo 2). A continuación se enumera de manera general los pasos a seguir y en el formato se especifica en detalle cada aspecto.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Recopilación de documentación de balanza semi-analítica: Datos generales, PEOS, bitácora <ol style="list-style-type: none"> 1.1 Descripción del equipo, se utiliza el formato Anexo 4, en donde es importante detallar y reunir aspectos importantes de la balanza semi-analítica. 2. Inspección visual de los siguientes aspectos: aspecto físico, dimensiones, ubicación, superficie donde se encuentra e instalación eléctrica. 3. Monitoreo de Temperatura y Humedad Relativa (Ver Anexo 7) 4. Análisis de Resultados obtenidos 5. Rectificación de las no conformidades encontradas 6. Conclusiones 	
Efectuado Por: Verificado Por:	Fecha: Fecha:

NOTA: Vigencia de dichos formularios hasta nueva actualización.



LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES
PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE INSTALACIÓN



NO CONFORMIDADES

Existieron ciertas no conformidades:

1. No se contaba con Procedimiento de Operación Estándar –PEOS- de funcionamiento, calibración y limpieza de la balanza por lo que se procedió a elaborar cada uno de ellos para poder cumplir con dicho aspecto.
2. En cuanto a la ubicación, esta debe de encontrarse libre de vibraciones y el equipo no cumplió ya que a la par de esta se encuentra un garrafón de agua potable por lo que se consideró que puede causar un poco de vibración al momento del cambio del mismo. Otro aspecto con el que no cumplió es que debe encontrarse libre de corriente de aire y polvo y no se encuentra ubicada en una sala de medida por lo que es más difícil el control de la entrada de aire así como de contaminación. Por lo que se propuso el cambio de lugar pero no se logró ya que no se cuenta con suficiente espacio dentro del laboratorio por lo que se tomó en cuenta al momento de continuar con la evaluación de los otros parámetros por si pudieran afectar en cuanto a los resultados finales.

CONCLUSIONES

En forma general no se encontraron desviaciones de los datos obtenidos en la inspección física respecto de la información recopilada luego de la revisión de todo el material escrito disponible para la balanza semi-analítica marca Denver Modelo XS-2100 por lo tanto, se justifica la aprobación de la calificación de instalación, ya que se comprueba que las especificaciones necesarias para mantener instalado el equipo se cumplen con la mayoría de requisitos por lo tanto puede ser utilizada para la operación asignada.

Efectuado Por:



Fecha:

Verificado Por:

Fecha:

NOTA: Vigencia de dichos formularios hasta nueva actualización.

Anexo 4 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

 LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN EN PRODUCCIÓN PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE INSTALACIÓN 	
Descripción del Equipo	
Marca:	No. De serie:
Modelo:	Capacidad de trabajo:
Peso:	
Dimensiones:	Ubicación física:
Fabricación	
Nombre del Fabricante:	

Elaborado por:	Supervisado por:
Firma:	
Nombre:	
Fecha:	

NOTA: Vigencia de dichos formularios hasta nueva actualización.



ANEXO 5 BALANZA SEMI-ANALÍTICA MARCA DENVER MODELO XS 2100

Figura No. 1: Partes de la balanza semi-analítica marca Denver modelo XS 2100





Figura 1. Partes de la Balanza Semi-Analítica Marca Denver Modelo XS2100

Anexo 6 FORMATO DE CALIFICACIÓN DE INSTALACIÓN (Registro de Instalación)

 LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE INSTALACIÓN 			
ASPECTO A VERIFICAR	PROCEDIMIENTO	CRITERIO	RESULTADO
Datos generales	Recopilación de datos generales de la balanza semi-analítica, placa de identificación y manual de operación del equipo.	Contar con datos teóricos de la balanza semi-analítica los cuales deben coincidir con la placa del equipo y el manual de operación del fabricante.	Cumple
PEOS	Revisar que se cuente con PEOS de: <ul style="list-style-type: none"> • Funcionamiento • Calibración • Limpieza 	Se debe de contar con los PEOS mencionados y deben encontrarse completos y ordenados.	No Cumple
Bitácora	Revisar que se cuente con bitácora de operación.	Debe indicar de forma ordenada: fecha, quien utilizo el equipo, cantidad a pesar y firma.	Cumple
Aspecto físico de la balanza semi-analítica	Inspección visual: Si se encuentran otros equipos verificar que exista una distancia entre ellos. Verificar de manera visual el aspecto de la balanza. Verificar sus componentes funcionales.	Respetar distancia mínima entre equipos. Debe de encontrarse libre de polvo y desgaste que afecte su funcionamiento. Todos presentes y funcionando correctamente.	Cumple (60 cm separación) No Cumple Cumple
Dimensiones	Verificar ancho, largo y alto.	Las dimensiones establecidas son: Largo: 25 cm Ancho: 22 cm Alto: 6 cm	Cumple



Ubicación	<p>Lugar donde se encuentre la balanza semi-analítica:</p> <p>Ubicación del equipo bajo influencia directa de corriente eléctrica.</p> <p>Ubicación del equipo aislada de estructuras que produzcan vibraciones.</p> <p>Ubicada en un lugar en donde no se presente corriente de aire.</p> <p>Ubicación lejos de fuente de calor.</p>	<p>Dispone de toma de corriente en buen estado.</p> <p>Libre de vibraciones.</p> <p>Libre de corriente de aire y ambiente libre de polvo.</p> <p>Alejada de ventanas, mecheros y otro fuente de calor.</p>	<p>Cumple</p> <p>No Cumple</p> <p>No Cumple</p> <p>Cumple</p>
Superficie	Revisar de forma visual la superficie donde se encuentra la balanza semi-analítica.	Se debe contar con una superficie plana, nivelada, firme y horizontal en donde el equipo no presente movimiento.	Cumple
Instalación eléctrica	Revisar voltaje de alimentación suministrado.	115 VAC a 12 VCD	Cumple (120V)

Anexo 7 Monitoreo de temperatura y humedad relativa

 LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE INSTALACIÓN 			
Condiciones Ambientales			
ASPECTO A VERIFICAR	PROCEDIMIENTO	CRITERIO	RESULTADO
Condiciones ambientales	Monitoreo de temperatura y humedad Relativa	Temperatura: 15-40°C Humedad relativa: 45-60%	
Procedimiento usado	Fecha/Hora	Temperatura (°C)	Humedad relativa (%HR)
Se tomará la Temperatura y Humedad Relativa, utilizando el Termohigrómetro, durante un periodo de 5 días realizando 3 tomas durante el día por un periodo de tiempo de 30 minutos. Luego se hará un promedio de dichas mediciones.			



NOTA: Vigencia de dichos formularios hasta nueva actualización.

Anexo 8 Protocolo de calificación de operación

 LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE OPERACIÓN 	
<p>OBJETIVO: Comprobar que la balanza semi-analítica marca Denver XS-2100 funciona según lo previsto y que los parámetros se encuentran dentro de los establecidos.</p>	
<p>ALCANCE: Debe efectuarse después de la instalación, modificación o cambios de ubicación.</p>	
<p>RESPONSABILIDAD: Auxiliares de Investigación Tesisistas Estudiantes Persona designada para realizar esta actividad.</p>	
<p>PROCEDIMIENTO:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Calibración externa de la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 por parte de una empresa acreditada. 2. Verificación de pesos patrones proporcionada por El Departamento de Análisis Aplicado versus patrones de peso de la empresa encargada de calibración externa. Ver Anexo 9 3. Monitoreo por medio de juego de pesas el desempeño de la balanza por medio de 10 puntos distribuidos en un rango de peso de 1 gramo a 2100 gramos, realizando 30 mediciones en cada punto. Con el fin de: <ol style="list-style-type: none"> 1. Verificación de sensibilidad Ver Anexo 10 2. Verificación de repetibilidad Ver Anexo 11 3. Verificación de linealidad Ver Anexo 12 4. Verificación de reproducibilidad (precisión y exactitud) 5. Verificación de incertidumbre 4. Análisis de resultado obtenidos 5. Rectificación de conformidades encontradas 6. Conclusiones 	
<p>NO CONFORMIDADES: Respecto a la reproducibilidad, se evaluó por medio del coeficiente de variación no cumpliendo para los niveles de pesadas de 1g, 2g y 5 g, debido a factores ambientales, por lo que se estableció por medio de la desviación estándar no cumpliendo para 500 g y 2,000 g. Determinando que los valores de pesadas varían en función de los días en que fueron realizadas las pesadas. Respecto a la exactitud, para los niveles de pesada de 500 g y 2,000 g no resulto exacta esto pudo deberse a factores como la temperatura ambiente, ya que un cambio de 1 o 2 ° C reduce su exactitud. También se consideró que en el protocolo de calificación de instalación no se cumplió a cabalidad, ubicación, siendo este otro factor que influyó en estos pesajes.</p>	
<p>CONCLUSIONES: Al finalizar el análisis de los datos y el análisis estadístico se determina que a pesar de ciertos parámetros, 1 g, 2g, 5g, 500g y 2000g, no cumplen con los límites aceptables se considera que la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 funciona adecuadamente, es decir, cumple con los parámetros de operación para los que ha sido diseñado.</p>	
<p>Efectuado Por:</p>	<p>Fecha:</p>
<p>Verificado Por:</p>	<p>Fecha:</p>



NOTA: Vigencia de dichos formularios hasta nueva actualización.

Anexo 10 Formato de monitoreo de sensibilidad

 LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE OPERACIÓN 				
Sensibilidad				
ASPECTO A VERIFICAR	PROCEDIMIENTO	CRITERIO	RESULTADO	
Sensibilidad	Realizar 30 mediciones 3 veces al día en diferentes horas utilizando pesas calibradas de: 100 mg, 200 mg y 500 mg.	0.1 gramos		
Fecha/Hora	Temperatura (°C)	Humedad relativa	Peso teórico	Peso real
Efectuado Por:			Fecha:	
Verificado Por:			Fecha:	



NOTA: Vigencia de dichos formularios hasta nueva actualización.

Anexo 11 Formato de monitoreo de la repetibilidad

 LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE OPERACIÓN 				
Repetibilidad				
ASPECTO A VERIFICAR	PROCEDIMIENTO	CRITERIO	RESULTADO	
Repetibilidad	Realizar 30 mediciones 3 veces al día en diferentes horas utilizando pesas calibradas de: 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 150 y 2000 gramos	0.1 gramos		
Fecha/Hora	Temperatura (°C)	Humedad relativa	Peso teórico	Peso real
Efectuado Por:			Fecha:	
Verificado Por:			Fecha:	



NOTA: vigencia de dichos formularios hasta nueva actualización.

Anexo 12 Formato de monitoreo de linealidad

 LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE OPERACIÓN 				
Linealidad				
ASPECTO A VERIFICAR	PROCEDIMIENTO	CRITERIO	RESULTADO	
Linealidad	Realizar 30 mediciones 3 veces al día en diferentes horas utilizando pesas calibradas de: 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 150 y 2000 gramos	± 0.1 gramos		
Fecha/Hora	Temperatura (°C)	Humedad relativa	Peso teórico	Peso real
Efectuado Por:			Fecha:	
Verificado Por:			Fecha:	

NOTA: Vigencia de dichos formularios hasta nueva actualización.

Anexo 13 Formato de calificación de operación

 LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE OPERACIÓN 			
ASPECTO A VERIFICAR	PROCEDIMIENTO	CRITERIO	RESULTADO
Verificación de pesos	Realizar mediciones para verificar patrones de peso proporcionados por el Laboratorio de Análisis versus patrones de pesos trazables de la empresa encargada de calibración de balanza semi-analítica.	Balanza semi-analítica debe detectar igual/parecido peso entre pesas de Laboratorio de Análisis versus pesas de empresa a cargo de calibración.	Cumple
Sensibilidad	Realizar 30 mediciones 3 veces al día en diferentes horas utilizando pesas calibradas de: 100 mg, 200 mg y 500 mg.	± 0.1 gramos	Cumple
Repetibilidad	Realizar 30 mediciones 3 veces al día en diferentes horas utilizando pesas calibradas de: 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 150 y 2000 gramos	± 0.1 gramos	Cumple
Linealidad	Realizar 30 mediciones 3 veces al día en diferentes horas utilizando pesas calibradas de: 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 150 y 2000 gramos	± 0.1 gramos	Cumple
Efectuado Por:		Fecha:	
Verificado Por:		Fecha:	

NOTA: Vigencia de dichos formularios hasta nueva actualización.

Anexo 14 Fórmulas utilizadas para cálculo de parámetros a evaluar

13.1 Prueba t para dos muestras independientes

$$t = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{S_{X_1 X_2} \cdot \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

$$S_{X_1 X_2} = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)S_{X_1}^2 + (n_2 - 1)S_{X_2}^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

Fuente: (Prueba t de Student-Wikipedia, la enciclopedia libre)

13.2 Media Aritmética

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$$

Fuente: (Desviacion Estandar-Wikipedia, la enciclopedia libre)

13.3 Desviación Estándar

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N - 1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}$$

Fuente: (Desviacion Estandar-Wikipedia, la enciclopedia libre)

13.4 Coeficiente de Correlación de Pearson

$$\rho_{X,Y} = \frac{\sigma_{XY}}{\sigma_X \sigma_Y} = \frac{E[(X - \mu_X)(Y - \mu_Y)]}{\sigma_X \sigma_Y},$$

Fuente: (Coeficiente de Correlacion de Pearson-Wikipedia, la enciclopedia libre)

13.5 Coeficiente de determinación

R^2

Fuente: (Coeficiente de Determinación-Wikipedia, la enciclopedia libre)

13.6 Prueba de t contra un valor conocido

$$t = \frac{\bar{x} - \mu}{s/\sqrt{n}}$$

Donde

μ es el valor conocido con el que se realiza la comparación.

Fuente: (Student's t-distribution - Wikipedia, the free encyclopedia)

13.7 Ecuación de la recta

$$y=mx+b$$

donde

$$\text{Pendiente} = m = \frac{n \sum xy - (\sum x)(\sum y)}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$\text{Intersección} = b = \frac{\sum y - m(\sum x)}{n}$$

Fuente: (Regresión Lineal y Exponencial)

13.8 Coeficiente de Variación

$$C_V = \frac{\sigma}{|\bar{x}|}$$

Fuente: (Coeficiente de Variación-Wikipedia, enciclopedia libre)

13.9 Análisis de varianza de una vía

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\sum X_{ij}}{n}$$

$$s^2 = \frac{\sum (X_{ij} - \bar{\bar{X}})^2}{n - 1}$$

$$SCT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c (X_{ij} - \bar{\bar{X}})^2$$

$$SCTR = \sum r_j (\bar{X}_j - \bar{\bar{X}})^2$$

$$SCE = \sum \sum (X_{ij} - \bar{X}_j)^2$$

$$CMT = \frac{SCT}{n - 1}$$

$$CMTR = \frac{SCTR}{c - 1}$$

$$CME = \frac{SCE}{n - c}$$

$$F = \frac{CMTR}{CME}$$

Gran media de todas las observaciones del experimento

La varianza muestral

La suma de cuadrados total es la variación de los valores alrededor de $\bar{\bar{X}}$

La suma de los cuadrados del tratamiento mide la variación en las medias de la columna alrededor de la gran media

La suma de los cuadrados del error refleja la variación de los valores dentro de un tratamiento alrededor de su propia media

Cuadrado medio total

Cuadrado medio del tratamiento

Cuadrado medio del error

Razón F para la prueba de las medias

Fuente: (Webster, 2001)

13.10 Análisis de varianza de dos vías

$$CME = \frac{SCE}{(r - 1)(c - 1)}$$

Cuadrado medio del error en análisis de varianza a dos vías

Fuente: Webster

13.11 Intervalo de confianza para una media poblacional

$$\left(\bar{x} - z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}}, \bar{x} + z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}}\right)$$

Fuente: (Intervalo de Confianza-Wikipedia, enciclopedia libre)

13.12 Prueba de Z de dos medias de una cola

$$Z = \frac{\bar{X} - \mu_H}{\frac{s}{\sqrt{n}}}$$

Fuente: (Microsoft PowerPoint - clases capitulo 1, 2010)

Anexo 15 PEO de calibración de la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100

PROCEDIMIENTO ESTÁNDAR DE OPERACIÓN		Laboratorio de Investigación de Productos Naturales	
Calibración de balanza semi-analítica marca Denver XS 2100		No.	
Fecha de emisión:	Fecha de vigencia:	Vigencia	Página 1 de 2
<p>1. OBJETIVOS</p> <p>1.1 GENERAL</p> <p>Realizar correctamente la calibración de la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 que se encuentran en el Laboratorio de Investigación de Productos Naturales.</p> <p>1.2 ESPECÍFICO</p> <p>Mantener el equipo en perfectas condiciones para su uso y así eliminar la posibilidad de error en medidas de masa.</p> <p>2. RESPONSABILIDAD:</p> <p>2.1 Auxiliares de Investigación</p> <p>2.2 Tesistas</p> <p>2.3 Estudiantes</p> <p>2.4 Persona designada para realizar esta actividad.</p> <p>3. MATERIALES Y EQUIPO:</p> <p>3.1 Toalla de papel.</p> <p>3.2 Alcohol al 70%.</p> <p>3.3 Guantes.</p> <p>3.4 Balanza semi-analítica marca Denver XS 2100, capacidad 2,100 gramos.</p>			
Efectuado Por:		Fecha:	
Verificado Por:		Fecha:	

PROCEDIMIENTO ESTÁNDAR DE OPERACIÓN		Laboratorio de Investigación de Productos Naturales	
Calibración de balanza semi-analítica marca Denver XS 2100		No.	
Fecha de emisión:	Fecha de vigencia:	Vigencia	Página 2 de 2
<p>4. PROCEDIMIENTO:</p> <p>4.1 Encender la balanza 30 minutos antes de iniciar la calibración.</p> <p>4.2 Tarar con un recipiente vacío pulsando el botón de cero, en la pantalla debe de aparecer la lectura 0.0.</p> <p>4.3 Limpiar las pesas utilizando una toalla de papel descartable con alcohol al 70%, con la precaución de no tocarla con las manos.</p> <p>4.4 Cuidadosamente coloque la pesa de 2,000 gramos en la balanza teniendo cuidado de no tocarla directamente con las manos (utilizar guantes) y colocarla en el centro del plato.</p> <p>4.5 Mantener oprimido el botón de cero hasta que la palabra “calibrar” aparezca en la pantalla.</p> <p>4.6 En la pantalla debe aparecer “Cal 2000” y luego “Cal Ok”.</p> <p>4.7 Al finalizar la calibración, proceda a retirar la pesa de la balanza (teniendo cuidado de no tocar la misma).</p> <p>4.8 Cuando en la pantalla aparezca 0.0, registrar la finalización de la calibración en el cuaderno de laboratorio.</p> <p>4.9 Si la pantalla da una lectura “No Cal” repetir los pasos de 4.3 a la 4.8 con la pesa de calibración correcta.</p> <p>4.10 Completar la revisión de la calibración de la balanza y anotar los resultados en un cuaderno de laboratorio.</p> <p>5. FRECUENCIA:</p> <p>Mensualmente</p>			
Efectuado Por:		Fecha:	
Verificado Por:		Fecha:	

NOTA: Vigencia de dicho PEO hasta nueva actualización.

Anexo 16 PEO de Uso de la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100

PROCEDIMIENTO ESTÁNDAR DE OPERACIÓN		Laboratorio de Investigación de Productos Naturales	
Uso de balanza semi-analítica marca Denver XS 2100		No.	
Fecha de emisión:	Fecha de vigencia:	Vigencia	Página 1 de 2
<p>1. OBJETIVOS:</p> <p>1.1 GENERAL</p> <p>Uso adecuado de la balanza semi-analítica Marca Denver XS 2100 que se encuentra en el Laboratorio de Investigación de Productos Naturales.</p> <p>1.2 ESPECÍFICOS</p> <p>Mantener el equipo en perfectas condiciones para su uso y así eliminar la posibilidad de error en medidas de masa.</p> <p>2. RESPONSABILIDAD:</p> <p>2.1 Auxiliares de Investigación</p> <p>2.2 Tesistas</p> <p>2.3 Estudiantes</p> <p>2.4 Persona designada para realizar esta actividad.</p> <p>3. MATERIALES Y EQUIPO:</p> <p>3.1 Balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 capacidad 2,100 gramos.</p> <p>3.2 Guantes.</p> <p>3.3 Material a pesar.</p> <p>3.4 Bitácora de Uso.</p>			
Efectuado Por:		Fecha:	
Verificado Por:		Fecha:	

PROCEDIMIENTO ESTÁNDAR DE OPERACIÓN		Laboratorio de Investigación de Productos Naturales	
Uso de balanza semi-analítica marca Denver XS 2100		No.	
Fecha de Emisión:	Fecha de vigencia:	Vigencia	Página 2 de 2
<p>4. PROCEDIMIENTO:</p> <p>4.1 Conectar la balanza y encenderla, 30 minutos antes de iniciar las mediciones de peso.</p> <p>4.2 Verifique que el material a pesar no sobrepase los 2,100 gramos que es la capacidad máxima de la balanza semi-analítica.</p> <p>4.3 Verificar que la pantalla aparezca el 0.0, colocar el beaker vacío en el centro del plato y presionar la tecla Zero.</p> <p>4.4 Nuevamente aparecerá en la pantalla el 0.0.</p> <p>4.5 Colocar dentro del beaker el material a pesar y anotar el peso.</p> <p>4.6 Retirar el beaker junto con el material pesado.</p> <p>4.7 Si no necesita tara, coloque el material a pesar, en el centro del plato y espere que se estabilice la balanza para anotar el valor.</p> <p>4.8 Retirar el material pesado y regresa el valor de 0.0, limpiar si es necesario</p> <p>4.9 Si desea pesar otro material repita el numeral 4.2 al 4.6 de lo contrario apague la balanza y desconectar de la fuente de electricidad.</p> <p>5. FRECUENCIA:</p> <p>Cada vez que se necesite pesar cualquier material, dentro del Laboratorio de Investigación de Productos Naturales.</p>			
Efectuado Por:		Fecha:	
Verificado Por:		Fecha:	

NOTA: Vigencia de dicho PEO hasta nueva actualización.

Anexo 17 PEO de Limpieza de la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100

PROCEDIMIENTO ESTÁNDAR DE OPERACIÓN		Laboratorio de Investigación de Productos Naturales	
Limpieza de balanza semi-analítica marca Denver XS 2100		No.	
Fecha de emisión:	Fecha de vigencia:	Vigencia	Página 1 de 2
<p>OBJETIVOS:</p> <p>1.1 GENERAL</p> <p>Limpieza adecuada de la balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 que se encuentran en el Laboratorio de Investigación de Productos Naturales.</p> <p>1.2 ESPECÍFICOS</p> <p>Mantener el equipo limpio de materiales extraños</p> <p>2. RESPONSABILIDAD:</p> <p>2.1 Auxiliares de Investigación</p> <p>2.2 Tesistas</p> <p>2.3 Estudiantes</p> <p>2.4 Persona designada para realizar esta actividad.</p> <p>3. MATERIALES Y EQUIPO:</p> <p>3.1 Balanza semi-analítica marca Denver XS 2100 capacidad 2,100 gramos.</p> <p>3.2 Pieza de Tela</p> <p>3.3 Agua destilada</p> <p>3.4 Brocha</p>			
Efectuado Por:		Fecha:	
Verificado Por:		Fecha:	

PROCEDIMIENTO ESTÁNDAR DE OPERACIÓN		Laboratorio de Investigación de Productos Naturales	
Limpieza de balanza semi-analítica marca Denver XS 2100		No.	
Fecha de emisión:	Fecha de vigencia:	Vigencia	Página 1 de 2
<p>4. Procedimiento</p> <p>4.1 Apagar siempre la balanza antes de proceder a limpiarla.</p> <p>4.2 Limpiar con una brocha de pelo suave el platillo de pesaje para remover las partículas o el polvo, si este se encuentra con una mancha puede efectuar la limpieza con una pieza de tela limpia que puede estar humedecida con agua destilada.</p> <p>4.3 Limpiar el dispositivo de la pantalla utilizando con una pieza de tela seca que no deje pelusa.</p> <p>4.3 Vuelva a encender la balanza para continuar con su uso.</p> <p>5. Frecuencia</p> <p>Se limpiará antes y después de su uso.</p>			
Efectuado Por:		Fecha:	
Verificado Por:		Fecha:	



REPRESENTACIONES
IMPORTACION
ESTABLECIDA 1912



Guatemala

CERTIFICADO DE CALIBRACION

Certificado

No. FA 01

Pagina: 1 DE 2

Fecha de Calibracion: 30/05/2012

Proxima cal. 10/09/2012

Direccion donde fue realizada la calibracion:

Facultad de Farmacia Universidad San Carlos de Guatemala

PARTE I

Solicitante: Facultad de Farmacia Universidad San Carlos de Guatemala

Departamento: Guatemala

PARTE II

Razon del Servicio: Preventivo

Rango: .1 de Gramo

Nombre del Equipo: Denver Instrument

Capacidad 2000 Gramos

Fabricante: Denver Instrument

Clasificación:

Modelo Tipo No. XS-2100

Clase de exactitud: II

Serie: IV0097007

Elec/Mec: Electronica

PARTE III

Modo de Calibracion:

Mesas patrones

Garantía de Trazabilidad: Estas mediciones son trazables a los patrones nacionales mantenidos por el Laboratorio Nacional de Metrología, los cuales son intercomparados periódicamente con patrones nacionales de otros países y en su caso, con el patron internacional.

PATRONES

Id. Patrones: 24 - 25 - 26 - 27 - 28

Numeros de Certificados: MCM 020 - MCM 019

Tipo: Cilíndrica

PARTE V

Condiciones Ambientales

Temperatura: 23,7° C

Humedad Relativa: 55%

PARTE VI

Responsable de Calibracion: Estuardo Samayoa P.

Calibrado por: Estuardo Samayoa

PARTE VII

CERTIFICADO DE CALIBRACION

FORMAS UTILIZADAS PARA OBTENER LOS RESULTADOS DE CALIBRACION:

Repetibilidad

No.	Carga en Gr.
1	1000,0
2	1000,0
3	1000,0
4	1000,0
5	1000,0
6	1000,0
7	1000,0
8	1000,0
9	1000,0
10	1000,0

Basculas
Armitia
GUATEMALA

Certificado

No. FA 01

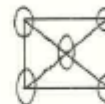
Página: 2 DE 2

Linealidad:

No.	Patron Gr	Indicación
1	1,0	1,0
2	2,0	20,0
3	50,0	50,0
4	500,0	500,0
5	1.000,0	1.000,0
6	2.000,0	2.000,0

Carga Excéntrica:

No.	Patron	Ubicación	Lectura Total
1	1000,0	Centro	1000,0
2	1000,0	Superior Derecho	1000,0
3	1000,0	Superior Izquierdo	1000,0
4	1000,0	Inferior Derecho	1000,0
5	1000,0	Inferior Izquierdo	1000,0
6	1000,0	Centro	1000,0



INCERTIDUMBRE

El error en el asignamiento de la corrección del proceso de pesaje. La incertidumbre es calculada en concordancia con el documento UKAS M3003 Usando el factor de cobertura de $K=2$ ($K=2$ define un intervalo teniendo un nivel de confianza de aproximadamente 95 por ciento). El error no incluye el efecto de magnetismo.

PARTE VIII

Conclusiones

El instrumento calibrado para este reporte cumple con los parametros metrologicos establecidos en la R76 de la OIML o su equivalente para Guatemala norma COGUANOR 4015 y 17025 para los instrumentos de pesar de funcionamiento no automatica clase III.

El procedimiento de esta calibracion tambien se encuentra descrito en nuestro manual de procedimientos de calibracion basados en la R76 de OIML.

Este Certificado cumple con las exigencias de la norma ISO-IEC 25 ISO 17025

Las Incertidumbres se calcularon para un nivel de confianza del 95% ($k=2$)

NOTA: LOS RESULTADOS DE ESTA CALIBRACION SON VALIDOS UNICAMENTE PARA EL MOMENTO DE CALIBRACION.-

Todo Certificado Llevara la firma y sello de la empresa:

Los certificados solamente pueden ser reproducidos y utilizados en forma completa por Basculas Azmitia. Cualquier alteracion y cambios, seran penados por las Leyes Vigentes en el pais.-

*Basculas
Azmitia*
GUATEMALA

CREDO VERITAS GROUP

3a. Ave. 9-78 Zona 9 - CODIGO POSTAL 01009 TELEFONOS: (502) 2331-6309 • 2380-3533/43/53/63

Fax: (502) 2332-1581 - GUATEMALA, CENTRO AMERICA

www.credoveritas.com info@basculasazmitia.com basculasazmitia@gua.net www.basculasazmitia.com

Anexo 19 Fotografías de calibración externa

Fotografía No. 1



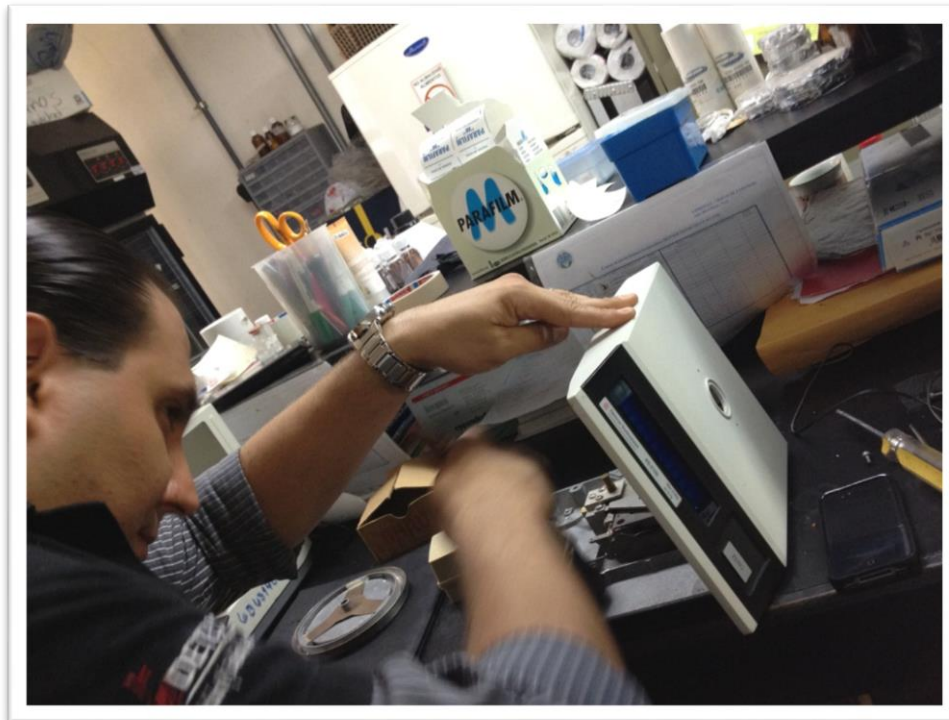
Calibración Externa, tomada 31-05-2012 en LIPRONAT.

Fotografía No. 2



Calibración Externa, tomada 31-05-2012 en LIPRONAT.

Fotografía No. 3



Calibración Externa, tomada 31-05-2012 en LIPRONAT.

Pesos Patrón Empresa	Pesos Patrón pesas de Análisis Aplicado
<p data-bbox="225 1330 485 1364">Pesa de 100 gramos</p>  <p data-bbox="225 1760 687 1827">Verificación de Pesos Patrón Empresa, tomada 31-05-2012 en LIPRONAT.</p>	<p data-bbox="802 1330 1062 1364">Pesa de 100 gramos</p>  <p data-bbox="802 1760 1265 1827">Verificación de Pesos Patrón Empresa, tomada 31-05-2012 en LIPRONAT.</p>
<p data-bbox="225 1917 485 1951">Pesa de 200 gramos</p>	<p data-bbox="802 1917 1062 1951">Pesa de 200 gramos</p> <p data-bbox="802 2007 1265 2040">Verificación de Pesos Patrón Empresa,</p>

Verificación de Pesos Patrón Empresa,
tomada 31-05-2012 en LIPRONAT.



tomada 31-05-2012 en LIPRONAT

