



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**EVALUACIÓN DEL CUMPLIMIENTO DE REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA
COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025 PARA LA REALIZACIÓN DEL ENSAYO DE
REACTIVIDAD POTENCIAL DE AGREGADOS, BAJO LA NORMA ASTM C 289-07, QUE SE
IMPLEMENTARÁ EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LA SECCIÓN
DE QUÍMICA INDUSTRIAL DEL CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERÍA**

Brenda Edith Marisol Barrios Fernández

Asesorado por el Ing. César Alfonso García Guerra

Co-asesorado por la Licda. Ingrid Lorena Benítez Pacheco

Guatemala, octubre de 2013

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**EVALUACIÓN DEL CUMPLIMIENTO DE REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA
COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025 PARA LA REALIZACIÓN DEL ENSAYO DE
REACTIVIDAD POTENCIAL DE AGREGADOS, BAJO LA NORMA ASTM C 289-07, QUE SE
IMPLEMENTARÁ EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LA SECCIÓN
DE QUÍMICA INDUSTRIAL DEL CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERÍA**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

BRENDA EDITH MARISOL BARRIOS FERNÁNDEZ

ASESORADO POR EL ING. CÉSAR ALFONSO GARCÍA GUERRA
CO-ASESORADO POR LA LICDA. ÍNGRID LORENA BENÍTEZ PACHECO

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA

GUATEMALA, OCTUBRE DE 2013

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympto Paiz Recinos
VOCAL I	Ing. Enrique Alfredo Beber Aceituno
VOCAL II	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL III	Inga. Elvia Miriam Ruballos Samayoa
VOCAL IV	Br. Walter Rafael Véliz Muñoz
VOCAL V	Br. Sergio Alejandro Donis Soto
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympto Paiz Recinos
EXAMINADOR	Ing. César Alfonso García Guerra
EXAMINADOR	Ing. Jaime Domingo Carranza González
EXAMINADORA	Inga. Dinna Lissette Estrada Moreira
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**EVALUACIÓN DEL CUMPLIMIENTO DE REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA
COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025 PARA LA REALIZACIÓN DEL ENSAYO DE
REACTIVIDAD POTENCIAL DE AGREGADOS, BAJO LA NORMA ASTM C289-07, QUE SE
IMPLEMENTARÁ EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LA SECCIÓN
DE QUÍMICA INDUSTRIAL DEL CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERÍA**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha de enero de 2013.



Brenda Edith Marisol Barrios Fernández



Guatemala, 30 de septiembre de 2013

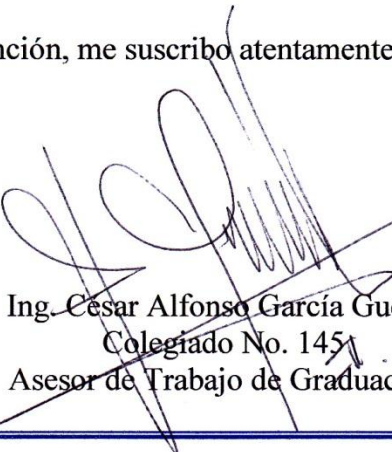
Ing. Víctor Manuel Monzón Valdez
Dirección
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Presente

Respetable Ing. Monzón:

Deseando que sus labores se realicen con éxito, dirijo la presente para hacer de su conocimiento que he revisado y aprobado el informe final del Trabajo de Graduación titulado **“EVALUACIÓN DEL CUMPLIMIENTO DE REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025 PARA LA REALIZACIÓN DEL ENSAYO DE REACTIVIDAD POTENCIAL DE AGREGADOS, BAJO LA NORMA ASTM C 289-07, QUE SE IMPLEMENTARÁ EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LA SECCIÓN DE QUÍMICA INDUSTRIAL DEL CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERÍA”**, el cual se llevó a cabo por la estudiante de Ingeniería Química **Brenda Edith Marisol Barrios Fernández**, identificado con el carné No. **2007-14972**.

Considerando que dicho documento cumple satisfactoriamente con los requisitos exigidos, solicito sirva darle continuidad al proceso para su aprobación.

Agradeciendo su atención, me suscribo atentamente,



Ing. César Alfonso García Guerra
Colegiado No. 145
Asesor de Trabajo de Graduación

César Alfonso García Guerra
INGENIERO QUÍMICO
COLEGIADO No. 145





Guatemala, 01 de octubre de 2013
Ref. EI.Q.TG-IF.064.2013

Ingeniero
Víctor Manuel Monzón Valdez
DIRECTOR
Escuela Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Monzón:

Como consta en el Acta TG-080-2012-IF le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN

Solicitado por la estudiante universitaria: **Brenda Edith Marisol Barrios Fernández.**

Identificada con número de carné: **2007-14972.**

Previo a optar al título de **INGENIERA QUÍMICA.**

Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

EVALUACIÓN DEL CUMPLIMIENTO DE REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025 PARA LA REALIZACIÓN DEL ENSAYO DE REACTIVIDAD POTENCIAL DE AGREGADOS, BAJO LA NORMA ASTM C 289-07, QUE SE IMPLEMENTARÁ EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LA SECCIÓN DE QUÍMICA INDUSTRIAL DEL CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERÍA

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por el Ingeniero Químico: **César Alfonso García Guerra.**

Habiendo encontrado el referido informe final del trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

Ing. Víctor Herbert de León Morales
COORDINADOR DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación

C.c.: archivo





ACAAI

Agencia Centroamericana de Acreditación de
Programas de Arquitectura y de Ingeniería



El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación de la estudiante, **BRENDA EDITH MARISOL BARRIOS FERNÁNDEZ** titulado: **“EVALUACIÓN DEL CUMPLIMIENTO DE REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025 PARA LA REALIZACIÓN DEL ENSAYO DE REACTIVIDAD POTENCIAL DE AGREGADOS, BAJO LA NORMA ASTM C 289-07, QUE SE IMPLEMENTARÁ EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LA SECCIÓN DE QUÍMICA INDUSTRIAL DEL CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERÍA”**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

Ing. Víctor Manuel Monzón Valdez
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química

Guatemala, octubre 2013

Cc: Archivo
VMMV/ale



El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **EVALUACIÓN DEL CUMPLIMIENTO DE REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025 PARA LA REALIZACIÓN DEL ENSAYO DE REACTIVIDAD POTENCIAL DE AGREGADOS, BAJO LA NORMA ASTM c-289-07, QUE SE IMPLEMENTARÁ EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LA SECCIÓN DE QUÍMICA INDUSTRIAL DEL CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERÍA,** presentado por la estudiante universitaria: **Brenda Edith Marisol Barrios Fernández,** autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.



Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
Decano

Guatemala, octubre de 2013



/cc

ACTO QUE DEDICO A:

Dios

Por ser el creador y el centro de mi vida; la figura de protección y fe a lo largo de mi existencia; por bendecirme con las cualidades y talentos que me han permitido completar una fase fundamental en mi vida profesional.

Virgen María

Por ser la madre de Dios y mi madre celestial, por ser la que siempre me protege y la que intercede por mí; por ser ejemplo y guía a lo largo de toda mi vida.

Mi madre

Vilma Fernández Hernández, quien ha sido una madre y amiga incondicional, perseverante, ejemplar y excepcional. Espero seguir caminando contigo para poder llenarte de orgullo con logros como este, el cual es una de tantas recompensas de aceptar el reto de criarme y amarme con todas tus fuerzas.

Mi hermana

Karla Sucely Barrios Fernández, porque a pesar de nuestras diferentes personalidades e intereses, nos hemos apoyado y amado la una a la otra. Espero seguir siendo el ejemplo de hermana que te mereces.

Mi abuela

María Brígida Hernández, por haber participado de corazón en mi formación como persona en los años más cruciales de mi vida. Porque puede estar contenta de poder compartir conmigo este logro.

Mi padre

Luis Fernando Barrera, por ser esa figura paternal que tanto he necesitado, porque no ha sido fácil pero hemos aprendido uno del otro; por las muestras de apoyo y cariño, las cuales seguirán siendo mutuas.

Mi tía

Flor Inés Fernández Hernández, por el cariño y apoyo que me has demostrado desde que tengo memoria, por ser ejemplo de esfuerzo y rectitud.

Mi abuelo

Carlos Francisco Fernández (q.e.p.d.), porque espero que en el cielo estés celebrando conmigo este logro, en el cual hubieras querido estar presente físicamente pues sé del amor que sentiste por mí desde el inicio.

Mis abuelos

Guillermo Barrios (q.e.p.d.) y María López (q.e.p.d.), porque a pesar de la poca frecuencia con la que nos visitamos y que ya no los tengo conmigo, sé que están disfrutando en el cielo este logro.

AGRADECIMIENTOS A:

Mis amigas y amigos

Por el apoyo, cariño y sinceridad que me han demostrado. Por las experiencias que hemos vivido, por las emociones que hemos compartido y por todo lo que nos queda por vivir y disfrutar. Por ser mi familia no consanguínea.

Jaime Catalán Garrido y familia

Por el cariño y apoyo que me han demostrado, por el trato tan delicado con el que me han recibido y por la compañía tan grata que me han proporcionado. Por siempre mantener abiertas las puertas de su casa.

Ing. César A. García

Por ser ejemplo de excelencia académica y profesional; por su apoyo, dedicación y paciencia; por las experiencias compartidas; por su confianza, consejos y buena intención.

Licda. Íngrid Benítez

Por el apoyo y credibilidad incondicional, por la confianza y motivación de permitirme desarrollar mi trabajo de graduación, por la dedicación y cariño que me ha demostrado.

Mis colaboradores

Carolina Corzo y Héctor Méndez, por compartir conmigo el estudio, experiencias y apoyarme incondicionalmente en todo momento, incluso en la realización de este proyecto. Estaré por siempre agradecida.

Mis revisores

Por los conocimientos, la dedicación y empeño que demostraron para que lograra culminar satisfactoriamente la ejecución de este proyecto.

Mis familiares

Ángela Barrera, Alexia Pérez, Marcela Castañeda, Ana Berta Aguilar y demás, por siempre apoyarme y alentarme a seguir alcanzando mis metas.

USAC

Por ser mi segundo hogar durante mi carrera, por permitirme obtener los conocimientos fundamentales para desarrollarme como profesional consciente de la realidad en la que vivo.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	V
LISTADO DE SÍMBOLOS.....	VII
GLOSARIO.....	IX
RESUMEN.....	XIII
OBJETIVOS/HIPÓTESIS.....	XV
INTRODUCCIÓN.....	XVII
1. MARCO CONCEPTUAL.....	1
1.1. Antecedentes.....	1
1.2. Justificación.....	5
1.3. Determinación del problema.....	7
1.3.1. Definición.....	7
1.3.2. Alcances y límites del problema.....	7
1.3.2.1. Alcances.....	7
1.3.2.2. Límites.....	8
2. MARCO TEÓRICO.....	9
2.1. Concreto.....	9
2.1.1. Intemperización.....	11
2.1.2. Resistencia química.....	12
2.2. Cemento.....	12
2.2.1. Cemento Portland.....	13
2.2.2. Tipos de cemento Portland.....	14
2.3. Rocas.....	16
2.3.1. Tipos.....	17

2.4.	Agregados.....	19
2.4.1.	Clasificación y nomenclatura.....	19
2.4.2.	Agregados de peso normal	20
2.4.2.1.	Gradación de agregados.....	22
2.4.2.2.	Cantidad de material fino que pasa por el tamiz n _o . 200	23
2.4.2.3.	Forma de la partícula	24
2.4.2.4.	Impurezas en agregados	24
2.4.2.5.	Estabilidad de volumen	25
2.4.3.	Reactividad al potencial álcali-agregado	25
2.4.3.1.	Mecanismos de expansión.....	26
2.4.3.2.	Fases del agrietamiento.....	28
2.5.	Elementos del análisis instrumental	30
2.5.1.	Tipos de métodos instrumentales.....	30
2.5.2.	Instrumentos para el análisis.....	31
2.5.3.	Características de funcionamiento de los instrumentos: parámetros de calidad	31
2.5.3.1.	Precisión	33
2.5.3.2.	Sensibilidad.....	34
2.5.3.3.	Límite de detección	35
2.5.3.4.	Límite de cuantificación.....	35
2.5.3.5.	Intervalo lineal.....	36
2.5.4.	Calibración de los métodos instrumentales	36
2.5.4.1.	Curvas de calibrado	36
2.5.5.	Relación entre señal y ruido	37
2.5.6.	Emisión de radiación	37
2.5.7.	Espectrofotometría	38
2.5.8.	Transmitancia.....	38
2.5.9.	Absorbancia	39

2.5.10.	Ley de Beer	40
2.5.10.1.	Limitaciones	40
2.5.11.	Ley de Lambert.....	40
2.5.12.	Ley de Lambert-Beer	41
2.6.	Acreditación de laboratorios	41
2.6.1.	Criterios para obtener la acreditación	42
2.6.2.	Validación de métodos de análisis.....	44
3.	DISEÑO METODOLÓGICO.....	45
3.1.	Variables.....	45
3.2.	Delimitación del campo de estudio	47
3.3.	Recursos humanos disponibles.....	47
3.4.	Recursos materiales disponibles	48
3.4.1.	Equipo de medición	48
3.4.2.	Cristalería	49
3.4.3.	Reactivos	50
3.4.4.	Equipo auxiliar	51
3.5.	Técnica cuantitativa	51
3.6.	Recolección y ordenamiento de la información	53
3.6.1.	Procedimiento para el muestreo interno de la muestra a ensayar	53
3.6.2.	Procedimiento para la preparación de la muestra a ensayar	54
3.6.3.	Procedimiento para la reacción de la muestra a ensayar	54
3.6.4.	Procedimiento para el análisis del filtrado	55
3.7.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la Información.....	57
3.7.1.	Procedimiento para el procesamiento de datos.....	57

3.7.2.	Procedimiento para determinación de los parámetros de calidad del método de ensayo	57
3.7.3.	Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la medición.....	57
3.8.	Análisis estadístico.....	58
3.8.1.	Datos anómalos	58
3.8.2.	Medias muestrales	59
3.9.	Plan de análisis de los resultados	60
3.9.1.	Métodos y modelos de los datos	61
3.9.2.	Programas para el análisis de datos	61
4.	RESULTADOS	63
5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	71
	CONCLUSIONES.....	81
	RECOMENDACIONES	85
	BIBLIOGRAFÍA.....	87
	APÉNDICES.....	91
	ANEXOS.....	163

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Variación de las proporciones usadas en el concreto, en volumen absoluto	10
2.	Aspecto físico del cemento Portland.....	13
3.	Fase 1 del agrietamiento	28
4.	Fase 2 del agrietamiento	29
5.	Fase 3 del agrietamiento	29
6.	Regiones del espectro electromagnético	38
7.	Atenuación de un haz de radiación por una disolución absorbente	39
8.	Escala de un fotómetro	39
9.	Diseño general para la técnica cuantitativa	52
10.	Evaluación del grado de cumplimiento de requisitos técnicos del numeral 5 de conformidad con la norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025	63
11.	Diagrama de Pareto de los recursos para la realización del ensayo de reactividad potencial en el Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos (LAFIQ/QI) a enero de 2013	64
12.	Coordenadas en figura X1.1 de sílice disuelta y reducción de alcalinidad para clasificar cada agregado evaluado según tabla X.....	65
13.	Contribución relativa de las fuentes de incertidumbre relativas para la determinación de sílice disuelta	66
14.	Contribución relativa de las fuentes de incertidumbre relativas para la determinación de reducción de alcalinidad	67

TABLAS

I.	Compuestos principales del cemento Portland y sus características ..	16
II.	Clasificación general de la roca.....	18
III.	Clasificación de agregados de peso normal.....	20
IV.	Propiedades químicas y físicas empleadas en los métodos instrumentales	30
V.	Criterios numéricos para seleccionar métodos analíticos	32
VI.	Otras características a tener en cuenta en la elección del método	32
VII.	Cantidad total de pruebas para el cumplimiento de requisitos técnicos de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025.....	45
VIII.	Definición de las variables independientes	46
IX.	Descripción de las variables dependientes	46
X.	Resumen de sumas de cuadrados y grados de libertad	60
XI.	Resultados de sílice disuelto y reducción de alcalinidad con su respectiva incertidumbre expandida para cada agregado	64
XII.	Clasificación de agregados en base a Norma ASTM C 289-07	66
XIII.	Parámetros de desempeño para la precisión del método fotométrico	68
XIV.	Parámetros de desempeño para la precisión del método volumétrico.....	68
XV.	Parámetros de desempeño para la sensibilidad e intervalo lineal del método fotométrico	68
XVI.	Parámetros de desempeño para el límite de detección y límite de cuantificación del método fotométrico	69
XVII.	Repetibilidad de los analistas de LAFIQ/QI para cada determinación	69

LISTADO DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
A	Absorbancia
HCl	Ácido clorhídrico
CV	Coefficiente de Variación
Sc	Concentración de sílice disuelta
s	Desviación estándar absoluta
s_m	Desviación estándar de la media
RSD	Desviación estándar relativa
°C	Grados Celsius
GL	Grados de Libertad
g	Gramos
NaOH	Hidróxido de sodio
H₁	Hipótesis alternativa
H₀	Hipótesis nula
H_R	Humedad relativa
h	Horas
u	Incertidumbre estándar
U	Incertidumbre expandida
LQ	Límite de cuantificación
c_m	Límite de detección
L	Litro
MRC	Material de Referencia Certificado
x	Media
μL	Microlitro

mM	Milimol
%	Porcentaje
P	Potencia del haz
p	Probabilidad
F	Prueba F de Fisher
S	Sensibilidad
SC	Suma de Cuadrados
Rc	Reducción de alcalinidad
T	Transmitancia

GLOSARIO

Acreditación	Reconocimiento formal de la competencia de un laboratorio de ensayo, para realizar un ensayo o conjunto de ensayos determinados.
Agregado	Conjunto de partículas inorgánicas de origen natural o artificial, cuyas dimensiones están comprendidas entre los límites fijados en la NTP 400.011.
Amorfo	Una de las estructuras que pueden adoptar los materiales en estado líquido y en estado gaseoso, que presentan un patrón uniformemente deformado o estructura cristalina retroactiva, es decir, no tienen un ordenamiento periódico.
Analito	Componente de interés analítico de una muestra, cuya presencia o concentración se desea conocer.
Calidad	Conjunto de propiedades y características de un producto o servicio que le confieren su aptitud para satisfacer unas necesidades expresadas o implícitas.
Calibración	Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores y cantidades indicadas por el instrumento o sistema de medición, o los valores representados por un

material de medición o un material de referencia, y los valores conocidos correspondientes al mesurando.

Error aleatorio

Tipo de error que provoca que los resultados individuales difieran uno de otro de manera que caiga a ambos lados del valor medio y se reduce mejorando el trabajo experimental.

Error sistemático

Tipo de error que provoca que todos los resultados sean erróneos en el mismo sentido y se corrige con utilización de MRC.

Espectrofotómetro

Instrumento que utilizado para medir, en función de la longitud de onda, la relación entre valores de una misma magnitud fotométrica relativos a dos haces de radiaciones y la concentración química que se miden en una muestra.

Filtración

Operación unitaria de separación de sólidos en suspensión en un líquido mediante un medio poroso, que retiene los sólidos y permite el pasaje del líquido.

Fotón

Partícula portadora de todas las formas de radiación electromagnética.

Gel

Sistema coloidal donde la fase continua es sólida, y la dispersa es líquida.

Humedad relativa	Humedad que contiene una masa de aire, en relación con la máxima humedad absoluta que podría admitir sin producirse condensación, conservando las mismas condiciones de temperatura y presión atmosférica.
Incertidumbre	Parámetro, asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser atribuidos al mensurando.
Intercomparación	Evaluación mediante mediciones o ensayos sobre el mismo ítem o ítems similares por dos o más laboratorios, de acuerdo con condiciones predeterminadas.
MRC	Material de referencia acompañado de un certificado, del cual uno o más valores propios son certificados por un procedimiento que establece la trazabilidad para una realización exacta de la unidad en la que están expresados los valores de la propiedad y para los cuales cada valor certificado está acompañado por una incertidumbre para un nivel de confianza establecido.
Muestreo	Obtención de una muestra representativa del objeto de evaluación de la conformidad, de acuerdo con un procedimiento.

Repetibilidad	Precisión de un método analítico, expresado como la concordancia entre determinaciones independientes realizadas bajo las mismas condiciones (analista, tiempo, aparato, reactivos, laboratorio, entre otros).
Reproducibilidad	Grado de concordancia entre los resultados de mediciones del mismo mesurando, realizadas en diferentes condiciones de medición.
Requisito	Necesidad o expectativa establecida, generalmente implícita u obligatoria.
Trazabilidad	Propiedad del resultado de una medida o del valor de un estándar donde éste pueda estar relacionado con referencias especificadas, usualmente estándares nacionales o internacionales, a través de una cadena continua de comparaciones todas con incertidumbres especificadas.
Validación	Confirmación mediante el suministro de evidencia objetiva, de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista.

RESUMEN

El presente trabajo de investigación, exhibe la evaluación obtenida de requisitos técnicos de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025, que se implementará para la realización del ensayo estándar de reactividad potencial, con base en la Norma ASTM C 289-07, en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI) del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII).

Para ello se procedió a ponderar el cumplimiento de cada requisito técnico del ensayo de reactividad potencial, a través de la documentación existente en LAFIQ/QI, correspondiente a la determinación de sílice disuelta por método fotométrico y reducción de alcalinidad por método volumétrico.

A su vez se implementó el procedimiento del fraccionamiento para el muestreo interno de agregados con base en la Norma ASTM C 702-03 y se evaluó el cumplimiento de requisitos técnicos del mismo.

Posteriormente se categorizaron 3 tipos de agregados, a través de un estudio colaborativo entre 3 analistas de LAFIQ/QI para cuantificar los parámetros de desempeño del método fotométrico y del método volumétrico, resultando adecuados para el uso previsto de la reactividad potencial en la categorización de agregados en base al método químico.

Al completar la evaluación, se logró establecer la incertidumbre expandida de los resultados obtenidos del estudio colaborativo, de forma que se establecieron 3 patrones de agregados como material de referencia para evaluaciones posteriores del Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI).

OBJETIVOS

General

Evaluar el cumplimiento de los requisitos técnicos de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025, para la realización del ensayo de reactividad potencial, bajo la Norma ASTM C 289-07, que se implementará en el Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos (LAFIQ/QI) de la sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII).

Específicos

- 1 . Evaluar el cumplimiento de los requisitos técnicos para el inciso 8.3 de la Norma ASTM C 289-07, para la determinación de sílice disuelta.
- 2 . Evaluar el cumplimiento de los requisitos técnicos para al inciso 8.4 de la Norma ASTM C 289-07, para la determinación de reducción de alcalinidad.
- 3 . Implementar y evaluar el cumplimiento de los requisitos técnicos del inciso 10 de la Norma ASTM C 702-03, para la técnica de fraccionamiento para el muestreo interno de agregados.
- 4 . Determinar la incertidumbre expandida de los resultados de sílice disuelta y reducción de alcalinidad para caracterizar la dispersión de los datos en base a un factor de cobertura correspondiente a un nivel de confianza del 95 por ciento.

- 5 . Determinar los parámetros de desempeño de los métodos analíticos para cuantificar su funcionamiento y adecuación en el Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos (LAFIQ/QI).

HIPÓTESIS

Nula (H_0)

El estudio colaborativo entre los analistas del Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos (LAFIQ/QI) para la determinación de la reactividad potencial en base a las Normas ASTM C 702-03 y ASTM C 289-07, no presentará diferencias significativas.

Alternativa (H_1)

El estudio colaborativo entre los analistas del Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos (LAFIQ/QI) para la determinación de la reactividad potencial en base a las Normas ASTM C 702-03 y ASTM C 289-07, presentará diferencias significativas.

INTRODUCCIÓN

Conforme a los lineamientos de calidad y requisitos para la construcción, es importante la determinación de las características del agregado como material de construcción, lo cual se evidencia en el marco conceptual, pues se considera que el agregado constituye el mayor porcentaje en volumen del concreto.

En función de lo mencionado con anterioridad en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI) del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII), se lleva a cabo el ensayo de reactividad potencial por medio del método químico, siendo uno de los métodos existentes para determinar la reactividad potencial álcali-sílice de agregados.

La calidad técnica y la confiabilidad del laboratorio para la realización del ensayo de reactividad potencial por el método químico, ASTM C 289-07: Método de ensayo estándar para reactividad potencial álcali-sílice de agregados (método químico), se puede demostrar a través de la acreditación de dicho ensayo, como se menciona en el marco teórico.

Es por ello que LAFIQ/QI se interesa en estandarizar sus procedimientos orientados al cumplimiento de los requisitos técnicos de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025: Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración, de forma que llegue a obtener la confirmación del correcto desempeño del laboratorio en la realización del ensayo de reactividad potencial, para así validar el ensayo y luego acreditarlo.

En el marco metodológico, se describen las variables involucradas, los recursos necesarios, las técnicas y procedimientos utilizados que permitieron alcanzar los objetivos planteados.

En la sección de resultados e interpretación de resultados, se presenta y se analiza el grado de cumplimiento de la evaluación de requisitos técnicos, la clasificación de agregados obtenida del estudio colaborativo con su respectiva incertidumbre expandida y los parámetros de desempeño del método fotométrico y volumétrico.

La sección de interpretación de resultados culmina haciendo énfasis en la necesidad de inversión en la calibración de equipos de medición para poder eliminar la presencia de errores sistemáticos, por lo que se rechaza la hipótesis nula planteada.

En las conclusiones, se indica el cumplimiento parcial de los requisitos técnicos, los valores de referencia de los parámetros de sílice disuelta y reducción de alcalinidad para cada tipo de agregado con su respectiva incertidumbre expandida y factor de cobertura, la especificación de qué parámetros de desempeño se determinaron para los métodos fotométrico y volumétrico y el analista con la mejor repetibilidad.

Las recomendaciones hacen mención al desarrollo de acciones a tomar, tales como calibraciones, capacitaciones y planes preventivos, para lograr el completo cumplimiento de requisitos técnicos de los aspectos que resultaron de la evaluación propuesta del presente trabajo de investigación.

1. MARCO CONCEPTUAL

1.1. Antecedentes

La utilización del ensayo de reactividad potencial, complementaria a otros ensayos aplicados a agregados, se puede evidenciar en la mención de los siguientes trabajos de graduación:

- El trabajo de graduación de Francisco Javier Ecuté Bantes, perteneciente a la carrera de Ingeniería Civil de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizado en el 2003, bajo el título: Evaluación y variabilidad de las propiedades de los agregados de dos plantas, una en Escuintla y la otra en Tecún Uman, aplica diversos ensayos, en base a normas ASTM.

Para proporcionar los resultados obtenidos del estudio de los agregados de las 2 plantas, se llevaron a cabo los ensayos: densidad relativa y absorción en agregados (ASTM C 127, C 128), obtención de materiales que pasan la malla n^o. 200 en agregados minerales por medio de lavado (ASTM C 117), análisis granulométricos finos y gruesos (ASTM C 136), masa unitaria de agregados (ASTM C 29), estabilidad de agregados en solución de sulfato de sodio (ASTM C 88), resistencia a la abrasión de agregado grueso de tamaño pequeño por medio de la máquina de los Ángeles (ASTM C 131), ensayo de reactividad potencial de agregados (método químico) (ASTM C 289).

En las conclusiones, el estudio realizado permitió catalogar a los agregados de la planta de Escuintla como inocuos. A su vez, se recomienda utilizar el ensayo de barras para mortero ASTM C 1260 o ASTM C 227, para poder confirmar la reactividad o inocuidad del material.

- El trabajo de graduación de Evelyn Elizabeth Ortíz de León, perteneciente a la carrera de Ingeniería Civil de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizado en el 2004, bajo el título: Calidad de agregados producidos en Guatemala, describe la importancia de evaluar la composición mineralógica, los ensayos de propiedades físicas y mecánicas de los agregados provenientes de 5 plantas trituradoras del país; de forma que se controle la calidad de los mismos en el lugar de producción y en los laboratorios de concreto antes de su uso, debido a la importancia en el empleo de los agregados en la construcción.
- El trabajo de graduación de Ludwyg Cristóbal Estuardo Herrera Villatoro, perteneciente a la carrera de Ingeniería Civil de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizado en el 2005, bajo el título: Caracterización e investigación geológica de los materiales utilizados en la construcción civil en Guatemala, describe de forma detallada los distintos ambientes geológicos disponibles para la construcción en el país.

Se presentan los factores involucrados específicamente con los agregados, el cemento y el concreto. Se da una breve descripción del grado al cual es tolerable la interacción agregado – cemento, de forma que provea una adherencia que aumente la resistencia del concreto. Dichas interacciones se describen con la presencia de álcali en los fluidos

residuales; es decir, que se forman durante la reacción de asentamiento del cemento, que libera iones de sodio, potasio e hidroxilo en una solución acuosa.

Describe la reacción álcali – sílice, la cual consta en la interacción entre los fluidos acuosos y la sílice de las partículas de los agregados, que también pudo haber sido provisto por la pasta. La reacción ocurre cuando la sílice se encuentra en forma microcristalina de tridimita y cristobalita o es amorfa; el cuarzo enteramente cristalino casi no se ve afectado. La expansión es mayor y más rápida con el ópalo, pero es vista de un grado menor en la roca carbonatada silificada, en horteno y en roca parda terrosa o arcillosa gris. También ha sido observado en donde el cuarzo criptocristalino es un mineral accesorio en algunas andesitas y granitos. La reactividad del sílice puede ser aprobada haciendo pequeños discos de agregados deportados en el cemento, que luego son inmersos en una solución altamente alcalina; la gel de sílice formada por la reacción, puede ser vista en la superficie después de algunos días.

- Existe evidencia en el interés por implementar un sistema de gestión para la acreditación del ensayo, como se menciona en el trabajo de investigación de Sonia Pamela Gómez Bosarreyes, perteneciente a la carrera de Ingeniería Industrial de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizado en el 2011, bajo el título: Modelo administrativo para el cumplimiento de los requisitos de gestión de calidad ISO 17 025 en el ensayo de reactividad potencial de la Sección de Química Industrial.

El trabajo hace la descripción de los diversos procedimientos para el cumplimiento de los requisitos de gestión, tales como formatos, políticas,

contratos y registros, para la implementación del sistema de calidad correspondiente al ensayo de reactividad potencial.

- La importancia de evaluar el correcto desempeño del laboratorio para realizar ensayos, se puede evidenciar en el trabajo de graduación de Edwin Roberto Cancinos Castillo, perteneciente a la carrera de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizado en el 2012, el cual se titula: Evaluación de implementación para la validación técnica de los ensayos de galvanizado bajo las Normas ASTM A 90-81 y ASTM A 239-89, que se realizan en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos de la sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería.

Se establecen las pautas para validar los ensayos de galvanizado bajo las normas de análisis ASTM A 90-81: Método de ensayo estándar para el peso del revestimiento de cinc-recubierto (galvanizado), para artículos de hierro o acero y ASTM A 239-89: Método de ensayo estándar para localizar el punto más delgado en un recubrimiento de cinc en artículos de hierro o acero mediante la prueba de Preece (inmersión en sulfato de cobre).

Por su parte, en el presente trabajo se presenta la evaluación del cumplimiento de los requisitos técnicos de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025, que se implementará para la realización del ensayo de reactividad potencial de agregados, bajo la Norma ASTM C 289-07, de forma que se respalde el uso adecuado del laboratorio en la elaboración de dicha metodología para su validación en LAFIQ/QI.

1.2. Justificación

La utilización de materiales de construcción en Guatemala, es de amplio uso en la infraestructura del país. La evaluación de los parámetros que conforman la matriz del concreto, específicamente los agregados, es importancia de estudio, debido a que incide en la durabilidad y desempeño fisicoquímico del mismo.

En el Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos (LAFIQ/QI), se realiza el ensayo de reactividad potencial a los agregados.

La metodología del ensayo que se utiliza, en base a la Norma ASTM C 289-07: Método de ensayo estándar para reactividad potencial álcali-sílice de agregados (método químico), consta de 2 etapas:

- Determinación de sílice disuelta, por medio de método fotométrico.
- Reducción en la alcalinidad, por medio de método volumétrico.

A su vez se propone la metodología del muestreo interno de agregados, previo a la realización del ensayo, con base en la Norma ASTM C 702-03: Práctica para reducir muestras de agregado al tamaño de ensayo.

De enero de 2005 a octubre de 2012, se tuvo una demanda del ensayo de reactividad potencial de 54,51 por ciento del total de ensayos, siendo el 67,18 por ciento de estos, ensayos cobrables.

Según el arancel del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII), el ensayo de reactividad potencial de agregados para órdenes cobrables tiene un costo de Q 645,00, lo cual representa tanto un ingreso significativo como un

compromiso técnico, para LAFIQ/QI y por ende para el CII de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

En Guatemala, la acreditación de laboratorios de ensayo y de calibración, la realiza la Oficina Guatemalteca de Acreditación (OGA), de acuerdo con la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025: 2 001, tras superar una auditoría. Para ello el laboratorio debe formarse y/o asesorarse en materia de calidad a 2 niveles: calidad de gestión y calidad técnica.

La acreditación de un ensayo, se busca con el fin de garantizar formalmente la competencia técnica del laboratorio, de forma que se aumente la confianza por parte de los clientes y dar validez de sus resultados. Además de mejorar la imagen del laboratorio delante de los interesados, y de optimizar la gestión del trabajo, generando así un beneficio económico.

Para poder acreditar un ensayo de laboratorio, es necesario validar la metodología y para lograrlo se debe realizar una evaluación del mismo, de forma que se respalde el correcto desempeño del laboratorio para llevar a cabo el ensayo.

Dado que el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI) se encuentra en la búsqueda de acreditación del ensayo de reactividad potencial por medio del método químico, la evaluación del mismo es esencial para respaldar la validación del ensayo y así favorecer al cumplimiento de la calidad técnica y dar conformidad con los requisitos requeridos por las normas ASTM y COGUANOR que corresponden a dicho ensayo.

1.3. Determinación del problema

Para iniciar la realización del presente trabajo de investigación, se planteó una evaluación para uno de los ensayos que se realiza con mayor frecuencia en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI).

1.3.1. Definición

¿Qué implicaciones tendrá la evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025, que se implementará en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI) de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII), para la realización del ensayo de reactividad potencial en base a la Norma ASTM C 289-07?

1.3.2. Alcances y límites del problema

A continuación se especifica la delimitación del alcance que tuvo la evaluación planteada para la realización del presente trabajo de investigación, de forma que se clarifique qué parámetros se consideraron para el estudio.

1.3.2.1. Alcances

Se propone evaluar el cumplimiento de los requisitos técnicos para la realización del ensayo de reactividad potencial, por medio de titulación con HCl para determinar la reducción de alcalinidad y por medio de método fotométrico, para la determinación de sílice disuelta. Además se propondrá la práctica del fraccionamiento para el muestreo interno para preparación de las muestras de agregados.

Se verificarán los siguientes parámetros de calidad: precisión, límite de detección, límite de cuantificación, sensibilidad e intervalo lineal.

1.3.2.2. Límites

Las principales limitaciones con las que se cuenta, son los recursos materiales adecuados, que incluye tanto la adquisición de cristalería clase A, reactivos con trazabilidad e instrumentos calibrados; la disponibilidad del espacio y tiempo en el laboratorio.

Respecto a los recursos materiales, se utilizarán los existentes y se realizará la respectiva verificación, mantenimiento y adecuado almacenamiento de los mismos.

En cuanto a la disponibilidad del espacio y tiempo en el laboratorio, se coordinará con los demás técnicos analistas; de forma que no se interrumpan las actividades que requieran el uso del mismo.

2. MARCO TEÓRICO

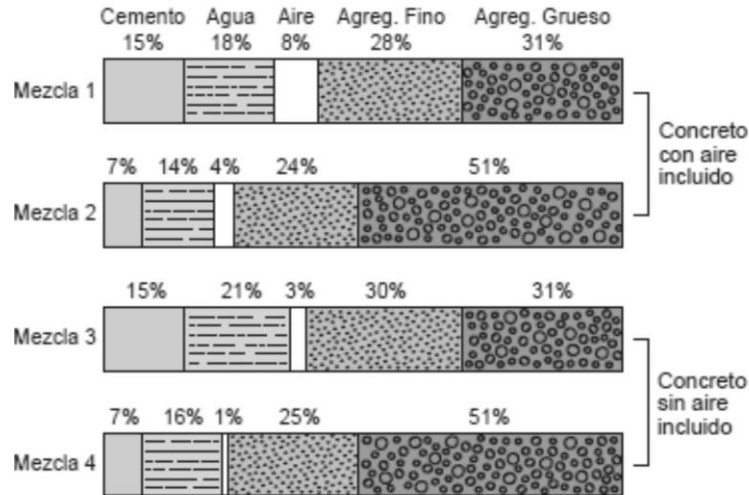
2.1. Concreto

El concreto (hormigón), es básicamente una mezcla de 2 componentes: agregados y pasta. La pasta, compuesta de cemento Portland y agua, une a los agregados, normalmente arena y grava (piedra triturada), creando una masa similar a una roca. Esto ocurre por el endurecimiento de la pasta en consecuencia de la reacción química del cemento con el agua.

Generalmente los agregados (áridos), se dividen en 2 grupos: finos y gruesos. Los agregados finos pueden ser: arena natural o artificial (manufacturadas) con partículas de hasta 9,5 milímetros ($\frac{3}{8}$ pulgada); agregados gruesos, son las partículas retenidas en la malla 1,18 milímetros (tamiz n^o. 16) y pueden llegar hasta 150 milímetros (6 pulgadas). El tamaño máximo del agregado grueso, comúnmente empleado es 19 ó 25 milímetros ($\frac{3}{4}$ ó 1 pulgada). Un agregado de tamaño intermedio, cerca de 9,5 milímetros ($\frac{3}{8}$ pulgada) es, algunas veces, adicionado para mejorar la granulometría general del agregado.

La pasta se compone de materiales cementantes, agua y aire atrapado o aire incluido (intencionalmente incorporado), como se observa en la figura 1. La pasta constituye aproximadamente del 25 hasta 40 por ciento del volumen total del concreto. La siguiente figura muestra que el volumen absoluto del cemento, esta normalmente entre 7 y 15 por ciento y el volumen del agua esta entre 14 y 21 por ciento. El contenido de aire atrapado varía del 4 hasta el 8 por ciento del volumen.

Figura 1. **Variación de las proporciones usadas en el concreto, en volumen absoluto**



Fuente: KOSMATKA, Steven. Diseño y control de mezclas de concreto. p. 1.

Las barras 1 y 3 representan mezclas ricas con agregados de tamaño pequeño. Las barras 2 y 4 representan mezclas pobres con agregados gruesos grandes.

Como los agregados constituyen aproximadamente del 60 al 75 por ciento del volumen total del concreto, su selección es muy importante. Los agregados deben componerse de partículas con resistencia mecánica adecuada y con resistencia a las condiciones de exposición, y no deben contener materiales que puedan causar deterioro del concreto. La granulometría continua de tamaños de partículas, es deseable para el uso eficiente de la pasta.

La calidad del concreto depende de la calidad de la pasta y del agregado y de la unión entre los 2. En un concreto adecuadamente diseñado, cada y toda

partícula de agregado es completamente cubierta por la pasta y todos los espacios entre las partículas de agregados se llenan totalmente con pasta.

La definición del concreto como una mezcla de cemento hidráulico, agregados y agua, no incluye un cuarto componente: los aditivos, que casi siempre se utilizan en la práctica moderna.

2.1.1. Intemperización

El buen concreto es un material relativamente durable en una amplia variedad de exposiciones. Sin embargo, por lo común, las condiciones de intemperización pueden tener efectos dañinos y causar la desintegración del mal concreto.

Los efectos de la intemperización, se deben a la acción disruptiva de la congelación y el deshielo, a la humidificación y el secado alternados, a la actividad química indeseable y a variaciones en la temperatura en la masa del concreto. Se han propuesto y aplicado muchas pruebas de laboratorio para determinar la durabilidad del concreto en varios tipos de condiciones de exposición, pero la correlación entre las pruebas de laboratorio y los registros del servicio en el campo es difícil, si no imposible.

Los factores principales que pueden influir sobre la durabilidad del concreto, incluyen las propiedades físicas del concreto endurecido, los materiales componentes de los cuales se fabricó el concreto, los métodos de fabricación y construcción aplicados y la naturaleza de las influencias de deterioro.

La evaluación de la durabilidad del concreto, puede comprender también un estudio de las propiedades elásticas, plásticas y térmicas de los componentes y de las incompatibilidades posibles.

2.1.2. Resistencia química

La resistencia del concreto a los procesos de deterioro desatados por las reacciones químicas, incluye generalmente pero no necesariamente, interacciones químicas entre agentes agresivos presentes en el ambiente externo y los constituyentes de la pasta de cemento.

Entre las excepciones se encuentran las reacciones álcali – agregados, que ocurren entre los álcalis en la pasta de cemento y ciertos materiales reactivos cuando están presentes en el agregado; hidratación retrasada del CaO y MgO cristalinos, si están presentes en cantidades excesivas en el cemento Portland y corrosión electroquímica del acero embebido en el concreto.

2.2. Cemento

Es un material finamente pulverizado, que no es en sí mismo conglomerante, sino que desarrolla la propiedad conglomerante como resultado de la hidratación (es decir, por las reacciones químicas entre los minerales del cemento y el agua). Un cemento es llamado hidráulico cuando los productos de la hidratación son estables en el medio acuoso.

El cemento hidráulico más comúnmente usado para hacer concreto, es el cemento Portland, que consiste principalmente de silicatos de calcio hidráulico.

Los hidratos de silicato de calcio que se forman con la hidratación del cemento Portland, son los responsables principales de sus características adherentes y son estables en un medio acuoso.

2.2.1. Cemento Portland

En la Norma ASTM 150, se define al cemento Portland (figura 2) como un cemento hidráulico producido al pulverizar *clinkers*, que consisten esencialmente en silicatos de calcio hidráulico, generalmente que contienen una o más de las formas de sulfato de calcio como una adición en la intermolienda.

Los *clinkers* son nódulos de 5 a 25 milímetros de diámetro de un material sinterizado producido cuando una mezcla de materiales de una composición predeterminada es calcinada a altas temperaturas.

Figura 2. **Aspecto físico del cemento Portland**



Fuente: MEHTA, Kumar. Concreto. Estructura, propiedades y materiales. p. 3.

2.2.2. Tipos de cemento Portland

El cemento Portland no se puede expresar por medio de una fórmula química, ya que es una mezcla compleja de 4 compuestos principales, como se muestra en la tabla siguiente, y varios compuestos secundarios.

En la tabla I, se presenta un resumen de las características importantes de los compuestos principales del cemento Portland. A partir del conocimiento de las velocidades relativas de reactividad y de los productos de hidratación de los compuestos individuales, es posible diseñar cementos con características especiales; tales como alta resistencia inicial, bajo calor de hidratación, alta resistencia a los sulfatos y calor moderado de hidratación o resistencia moderada a los sulfatos. En tal forma, la ASTM C 150: Standard Specification for Portland Cement, cubre los siguientes 8 tipos de cemento Portland:

- Tipo I: para usarse cuando las propiedades especiales especificadas para cualquier tipo no son requeridas. No se imponen límites en ninguno de los 4 compuestos principales.
- Tipo IA: cemento Tipo I con aire incluido, en donde se desea la inclusión de aire (por ejemplo, para elaborar concreto resistente al congelamiento).
- Tipo II: para uso general, más específicamente cuando se desea resistencia moderada a los sulfatos o un calor moderado de hidratación. Puesto que el C_3A y el C_3S producen altos calores de hidratación, la especificación limita el contenido de C_3A del cemento a un máximo de 8 por ciento y tiene un límite opcional de un máximo de 58 por ciento en la suma de C_3S y C_3A (este límite se aplica cuando se requiere un calor

moderado de hidratación y los datos de pruebas para el calor de hidratación no están disponibles).

- Tipo IIA: cemento Tipo II con aire incluido, cuando se desea la inclusión de aire.
- Tipo III: para usarse cuando se desea una alta resistencia inicial. Para asegurar que la alta resistencia no se debe principalmente a los productos de hidratación de C_3A , la especificación limita el contenido de C_3A del cemento a un máximo del 15 por ciento. Generalmente la alta resistencia inicial del cemento Portland del Tipo III, se debe en parte a la superficie específica más alta, de aproximadamente 500 metros cuadrados por kilogramo Blaine, en lugar de 330 a 400 metros cuadrados por kilogramo del cemento Portland Tipo I.
- Tipo IIIA: cemento Tipo III con aire incluido, cuando se desea la inclusión de aire.
- Tipo IV: para usarse cuando se desea un bajo calor de hidratación, puesto que el C_3S y el C_3A producen alto calor de hidratación, pero el C_2S produce mucho menos calor, la especificación fija límites máximos de 35 y 7 por ciento de C_3S y C_3A , respectivamente y requiere también un mínimo del 40 por ciento de C_2S del cemento.
- Tipo V: para usarse cuando se desea una alta resistencia a los sulfatos. La especificación fija un límite máximo de 5 por ciento de C_3A , que se aplica cuando las pruebas de expansión por sulfato no se requieren.

Tabla I. **Compuestos principales del cemento Portland y sus características**

Composición aproximada	$3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$	$\beta\ 2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$	$3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$	$4\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$
Fórmula abreviada	C_3S	$\beta\text{C}_2\text{S}$	C_3A	C_4AF
Nombre común	Alita	Belita	-	Fase ferrita, Fss
Principales impurezas	MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3	MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3	SiO_2 , MgO , álcalis	SiO_2 , MgO
Forma cristalina común	Monoclínica	Monoclínica	Cúbica, ortorrómbica	Ortorrómbica
<u>Proporciones de los compuestos presentes (%)</u>				
Variación	35 – 65	10 – 40	0 – 15	5 – 15
Promedio en el cemento ordinario	50	25	8	8
Velocidad de reacción con el agua	Media	Lenta	Rápida	Media
<u>Contribución a la resistencia</u>				
Edad temprana	Buena	Pobre	Buena	Buena
Última	Buena	Excelente	Media	Media
Calor de hidratación	Medio	Bajo	Alto	Medio
Típico (cal/g)	120	60	320	100

Fuente: KUMAR, Mehta. Concreto. Estructura, propiedades y materiales. p. 146.

2.3. Rocas

Cada roca de interés, ya sea que se encuentre en la forma de grano de arena, guijarro, pedrusco o fragmento de lecho rocoso triturado, en general consta de un grupo identificable de minerales. De este modo, los minerales constituyen los bloques elementales, a partir de los cuales se forman las rocas y cada uno tiene una fórmula química definida, una estructura cristalina específica y una estructura molecular característica.

Así, el cuarzo mineral (SiO_2), predomina como componente de rocas como la arenisca y la cuarzita. Por otra parte, el SiO_2 se puede combinar químicamente con compuestos de Al, K, Na, Ca o Mg, de tal manera como para proporcionar una serie de minerales muy complicados.

2.3.1. Tipos

En la tabla II, se da una clasificación general de las rocas con relación a su origen: ígneas, sedimentarias o metamórficas. Las rocas ígneas se forman a partir de material fundido; si el enfriamiento fue lento, los granos del mineral son relativamente grandes y las rocas se clasifican como intrusivas y, si el enfriamiento fue rápido, los granos son pequeños y las rocas de grano fino se clasifican como extrusivas.

Dos rocas que tengan el mismo origen ígneo, como el granito y la riolita, pueden tener idéntica composición mineral, pero sus nombres y propiedades de ingeniería, pueden ser bastante diferentes, dependiendo del tamaño del grano. Como el nombre lo implica, las rocas sedimentarias se forman a partir de sedimentos depositados en el agua o por el viento.

Las piedras calizas y las dolomitas, que se emplean con tanta frecuencia como agregados del concreto, son de origen sedimentario y contienen en forma predominante el mineral calcita (CaCO_3), en el caso de la piedra caliza, o el mineral dolomita (54 por ciento de CaCO_3 , 46 por ciento de MgCO_3), en el caso de la roca dolomita.

Como en el caso de tantos tipos de rocas, la calcita y la dolomita pueden encontrarse entremezcladas en la misma roca, lo que conduce a la designación de piedra caliza dolomítica o dolomita calcítica. Las rocas sedimentarias que

contienen sílice, en particular la arcilla esquistosa y la chert, merecen una consideración cuidadosa, antes de ser usadas como agregado del concreto.

Tabla II. **Clasificación general de la roca**

Clase	Tipo	Familia
Ígneas	Intrusivas (de grano grueso)	Granito
		Sienita
		Diorita
		Gabro
		Peridotita
		Piroxenita
		Hornablendita
	Extrusivas (de grano fino)	Obsidiana
		Piedra pómez
		Tufa
		Riolita
		Traquita
		Andesita
		Basalto
Diabasa		
Sedimentarias	Calcáreas	Piedra caliza
		Dolomita
	Silíceas	Arcilla esquistosa
		Arenisca
		Chert
		Conglomerado
		Brecha
Metamórficas	Foliadas	Gneis
		Esquisto
		Anfibolita
		Pizarra
	No foliadas	Cuarzita
		Mármol
		Serpentinita

Fuente: WADDELL, Joseph. Manual de la construcción con concreto. p. 2,6.

El calor o la presión prolongados, o ambos durante eras geológicas, pueden haber alterado un tipo de roca, transformándola en otro tipo, lo que da

lugar a la clase metamórfica. Esta alteración puede resultar benéfica, como la transformación de la arenisca en la cuarzita, más dura y más tenaz.

2.4. Agregados

El término agregado es genérico y comprende cantos, guijarros, gravas, piedras trituradas, escoria de altos hornos enfriada con aire, arenas naturales y fabricadas y agregados livianos naturales y fabricados. Pueden clasificarse de acuerdo con sus respectivos tamaños.

2.4.1. Clasificación y nomenclatura

Las clasificaciones de los agregados de acuerdo con la dimensión de las partículas, densidad de la masa o fuente, han dado lugar a una nomenclatura especial que deberá ser entendida claramente. Por ejemplo, el término agregado grueso se utiliza para describir partículas mayores de 4,75 milímetros (retenidas en una malla n.º.4), y el término agregado fino, se utiliza para las partículas menores de 4,75 milímetros; generalmente los agregados finos contienen partículas dentro del rango de 75 micrómetros (malla n.º. 200) a 4,75 milímetros y los agregados gruesos de 4,75, a aproximadamente 50 milímetros, con excepción del concreto masivo, el que puede contener agregado grueso de hasta 150 milímetros.

Los agregados fino y grueso, ocupan cerca del 60 al 75 por ciento del volumen del concreto (70 a 85 por ciento de la masa) e influyen fuertemente en las propiedades; tanto en estado fresco como endurecido, en las proporciones de la mezcla y en la economía del concreto.

En su mayor parte, los agregados para concreto están compuestos por arena, grava y roca triturada, derivadas de fuentes naturales y son por lo tanto llamados agregados minerales naturales. Por otra parte, los materiales procesados térmicamente como la arcilla y la pizarra expandidas, que se utilizan para producir concreto de peso ligero, son llamados agregados sintéticos. Los agregados hechos de subproductos industriales, por ejemplo de escoria de alto horno y de ceniza volante, también pertenecen a esta categoría. Los desperdicios municipales y el concreto reciclado de edificios demolidos y de pavimentos, también se han investigado para utilizarlos como agregados.

2.4.2. Agregados de peso normal

Estos, típicamente, tienen gravedades específicas entre 2,0 y 3,0. Con frecuencia se diferencian por su tamaño en la siguiente forma:

Tabla III. **Clasificación de agregados de peso normal**

Nombre	Tamaño
Cantos	Mayores de 6 pulgadas
Gujarros	3 a 6 pulgadas
Agregados gruesos	3 pulgadas a tamiz n _o . 4
Agregados finos	Tamiz n _o . 4 a n _o . 200
Rellenador o llenante	Mineral que pasa por el tamiz n _o . 200

Fuente: WADELL, Joseph. Manual de la construcción con concreto. p. 2,6.

Se utilizan en la mayor parte de las construcciones de hormigón, el peso normal de agregados se obtiene por desagüe escarbado de los lechos de ríos o minerías y por trituración del material formador. El hormigón a base de

agregados gruesos y finos de peso normal, por lo general pesa alrededor de 144 libras por pie cúbico.

No se acostumbra usar los cantos y guijarros en su tamaño natural, sino que hay que triturarlos para convertirlos en agregados de varios tamaños, en arena fabricada y en relleno inorgánico. Las gravas y las arenas naturales se producen por la acción del agua y de los elementos sobre depósitos fluviales o glaciales. Estos materiales tienen superficies redondas y lisas, y distribuciones de tamaños de partículas que requieren procesamiento mínimo; su suministro puede ser en tamaños de agregados gruesos o finos.

Los agregados finos, son aquellos cuyo material pasa en un 100 por ciento el tamiz de $\frac{3}{8}$ de pulgada. Los gruesos son aquellos en que la mayor parte de su material es retenido por el tamiz n.º. 4.

Los agregados conforman el mayor volumen porcentual del hormigón de cemento Portland, los morteros o el hormigón asfáltico. En una mezcla de hormigón de cemento Portland, los agregados finos y gruesos ocupan entre 60 y 75 por ciento del volumen total de la mezcla; mientras que en el hormigón asfáltico, los agregados representan entre el 75 y 85 por ciento del volumen de la misma. Como consecuencia, los agregados no son materiales inertes.

Las propiedades individuales de los agregados, tienen efectos demostrables sobre la vida útil y durabilidad del sistema material, en el cual se utilizan como en el hormigón de cemento Portland, el hormigón asfáltico, el mortero o base de agregado.

La aceptabilidad de un agregado fino o grueso para su utilización en hormigón o mortero, se mide por muchas propiedades como gradación,

cantidad de material fino que pasa el tamiz n^o. 200, dureza, resistencia, forma de la partícula, estabilidad de volumen, reactividad potencial al álcali, resistencia a congelación y a deshielo e impurezas orgánicas.

En cuanto a los agregados empleados en construcción general de edificios, las limitaciones de sus propiedades las contemplan las Normas ASTM C 33: Specification for Concrete Aggregates, C 637: Specification for Aggregates for Radiation-Shielding Concrete y C 330: Specification for Lightweight Aggregates for Structural Concrete. Con respecto a otros tipos de construcciones, como carreteras y aeropuertos, hay normas estipuladas por organizaciones gubernamentales o gremiales.

2.4.2.1. Gradación de agregados

La distribución de los tamaños de los agregados en una mezcla de hormigón, es importante, puesto que de manera directa influye en la cantidad de cemento requerido para determinada resistencia, trabajabilidad de la mezcla (y cantidad de esfuerzo para colocar la mezcla en las formaletas), durabilidad después de instalada y economía general. La Norma ASTM C 33, estipula intervalos de límites de gradación de agregados de finos a gruesos. Estos últimos se enumeran del tamaño 1 (de 3 ½ a 1 ½ pulgada) al tamaño 8 ($\frac{3}{8}$ a n^o. 8).

La National Stone Association, especifica una gradación para arena manufacturada que difiere de la de agregado fino en ASTM C 33, en especial para tamices n^o. 100 y 200. La gradación NSA, es evidentemente más fina (mayores porcentajes pasan por cada tamiz). Los materiales finos, compuestos por partículas angulares, son finos de roca, a diferencia del limo y las arcillas de arena natural, y contribuyen a hacer más trabajable el hormigón.

Las diversas gradaciones, determinan tamaños estándar para producción de agregados y pruebas de control de calidad, que conducen a la producción de hormigón con propiedades aceptables. No obstante, hay que tener cuidado cuando se usan límites individuales estándar de gradación. En caso de que los tamaños de los agregados sean limitados o si no existe suficiente superposición entre sus tamaños, no podrá obtenerse un hormigón aceptable y económico con adecuada gradación en sus agregados, debido a que la gradación combinada es discontinua.

La situación ideal consiste en lograr una distribución de tamaños densa o bien graduada, que optimice el contenido de vacíos (espacios interparticulares) del agregado combinado. No obstante, es posible producir hormigón aceptable con agregados individuales que no cumplan con los límites estándar, pero que puedan combinarse para lograr una gradación densa.

2.4.2.2. Cantidad de material fino que pasa por el tamiz n_o. 200

Los materiales susceptibles de pasar por el tamiz n_o. 200, son la arcilla, el limo o una combustión de los 2, que incrementa la cantidad de agua requerida por el agregado. Las grandes cantidades de materiales más pequeños que el tamiz n_o. 200 también pueden indicar la presencia de recubrimientos de arcilla en el agregado grueso, que disminuirían la adherencia del agregado a la matriz de cemento. La Norma ASTM C 117: Materials Finer than 75 micrometers Sieve in Mineral Aggregates by Washing, suministra un método de prueba.

2.4.2.3. Forma de la partícula

Las gravas y arenas naturales tienen forma de partícula redondeada y suave. Los agregados triturados (gruesos o finos), pueden tener formas planas y alargadas, angulares, cúbicas, de disco o de barra. Estas formas dependen del equipo de trituración utilizado y de la mineralogía del agregado. El alargamiento y angularidad extremas, aumentan la cantidad de cemento requerido para dar resistencia y dificultan el terminado y el bombeo del hormigón. Las partículas planas y alargadas también aumentan la cantidad de agua de mezcla exigida.

La adherencia entre partículas angulares, es mayor que entre partículas lisas, propiedad que puede aprovecharse si están graduadas de manera adecuada para contrarrestar el aumento de agua requerido para producir hormigón con contenido de cemento y resistencia igual a la de una mezcla de piedra lisa.

2.4.2.4. Impurezas en agregados

Los tiempos de fraguado y de endurecimiento erráticos, pueden deberse a la presencia de impurezas orgánicas en los agregados, en especial la arena. Un método para investigar la presencia de estas impurezas, se contempla en la Norma ASTM C 40: Test Method for Organic Impurities in Fine Aggregates for Concrete.

Las partículas suaves, los grumos en la arcilla, el chert y otras partículas desmenuzables, el carbón, el lignito y otros materiales ligeros, pueden generar abombamientos y durabilidad reducida en los agregados. El carbón y el lignito también pueden producir manchado en las superficies de hormigón expuestas.

2.4.2.5. Estabilidad de volumen

La estabilidad de volumen, se refiere a la susceptibilidad del agregado a la expansión al ser calentado o a expansiones y contracciones cíclicas cuando se satura o se seca. Deben evitarse los agregados que pueden sufrir cambios de volumen debido a la humedad.

2.4.3. Reactividad al potencial álcali-agregado

Los agregados que contienen ciertos tipos de sílices o carbonatos, pueden reaccionar con los álcalis presentes en el cemento Portland (óxido de sodio y de potasio). El producto de la reacción agrieta el hormigón o puede crear abombamiento en su superficie. Esta reacción es más evidente cuando el hormigón está en ambiente húmedo y caliente.

La reactividad potencial de un agregado con álcalis, puede determinarse ya sea por una prueba química (ASTM C 289) o por el método de la barra de mortero (ASTM C 227), la prueba más estricta y más confiable, pero para desarrollarla exige bastante tiempo.

Las reacciones entre ciertos componentes intensamente silíceos de los agregados y cementos que tienen contenidos elevados de álcali, conducen a pérdida de resistencia, expansión excesiva, agrietamiento y desintegración. Las grietas que resultan de esta acción, desarrollan un patrón irregular. Las expansiones asociadas con la acción pueden cerrar las juntas de expansión, causar que los miembros estructurales se desplacen con respecto a los otros, provocar que la maquinaria se salga de su ubicación y otros efectos indeseables.

La reacción tiene lugar cuando están presentes los álcalis Na_2O y K_2O en cantidades que sobrepasan el 0,60 por ciento en peso, expresadas como Na_2O equivalente, cuando los agregados contienen cantidades significativas de sustancias reactivas como ópalo, calcedonia, tridimita, heulandita, zeolita, algunas filitas, cristobalita, dacitas, andesitas y algunas riolitas y cuando existe humedad. Se cree que el deterioro expansivo, es causado por el hinchamiento osmótico de los geles alcalinos de sílice producidos por la reacción química entre el material silíceo reactivo y los álcalis liberados por la hidratación del cemento y de otras fuentes.

2.4.3.1. Mecanismos de expansión

Dependiendo del grado de desorden en la estructura del agregado y de su porosidad y tamaño de la partícula, los geles de álcali – silicato de composición química variable, son formados en la presencia de iones de hidroxilo y de metal alcalino. La forma de ataque en el concreto, incluye la despolimerización o rompimiento de la estructura del sílice del agregado, por los iones de hidroxilo, seguida de la absorción de los iones de metal alcalino en la superficie recientemente creada de los productos de la reacción.

Como los suelos marinos que contienen sodio absorbido en la superficie, o potasio, cuando los geles de silicato alcalino se ponen en contacto con el agua, se hinchan absorbiendo una gran cantidad de agua por medio de ósmosis. La presión hidráulica así desarrollada, puede conducir a la expansión y al agretamiento de las partículas del agregado afectado, la matriz de la pasta de cemento que rodea a los agregados y el concreto.

La solubilidad de los geles de silicato alcalino en el agua, es la responsable de su movilidad desde el interior del agregado hacia las regiones

microagrietadas, tanto dentro del agregado como en el concreto. La continua disponibilidad de agua en el concreto, causa un agrandamiento y extensión de las microgrietas, las que finalmente alcanzan la superficie exterior del concreto. El patrón de grietas es irregular y por lo tanto, se conoce como un agrietamiento de mapeo.

Los factores más importantes que afectan el fenómeno son:

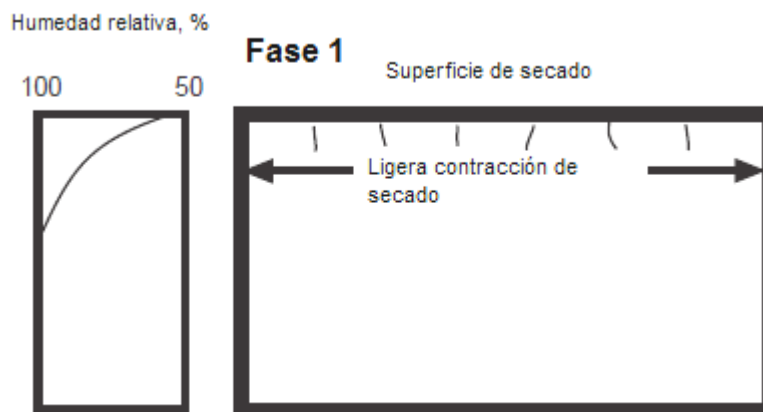
- El contenido de álcalis del cemento y el contenido de cemento en el concreto.
- La contribución de iones de álcali de otras fuentes diferentes al cemento Portland, tales como aditivos, agregados contaminados con sales y la penetración del agua de mar o de soluciones de sales deshielantes en el concreto.
- La cantidad, el tamaño y la reactividad de los constituyentes álcali – reactivos presentes en el agregado.
- La disponibilidad de humedad en la estructura de concreto.
- La temperatura ambiente.

Cuando el cemento es la única fuente de los iones de álcali en el concreto y se sospecha que los constituyentes álcali – reactivos están presentes en el agregado, la experiencia muestra que el uso de cemento Portland de bajo contenido en álcalis (menor al 0,6 por ciento de Na_2O equivalente), ofrece la mejor protección contra el ataque de los álcalis.

2.4.3.2. Fases del agrietamiento

El agrietamiento del concreto consiste de 3 fases. En la primera fase la parte superficial pierde humedad, por lo que se da una suave retracción por secado como se observa en la siguiente figura:

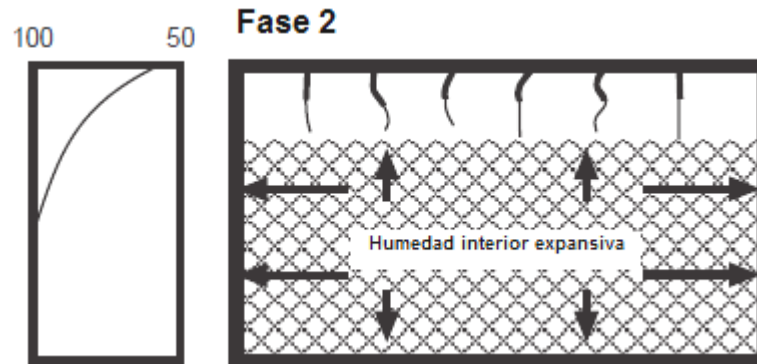
Figura 3. Fase 1 del agrietamiento



Fuente: MEHTA, Kumar. Concreto. Estructura, propiedades y materiales. p. 103.

En la segunda fase del agrietamiento, la reacción álcali agregado más la formación de gel, puede originar reducción inicial de volumen como se observa en la siguiente figura:

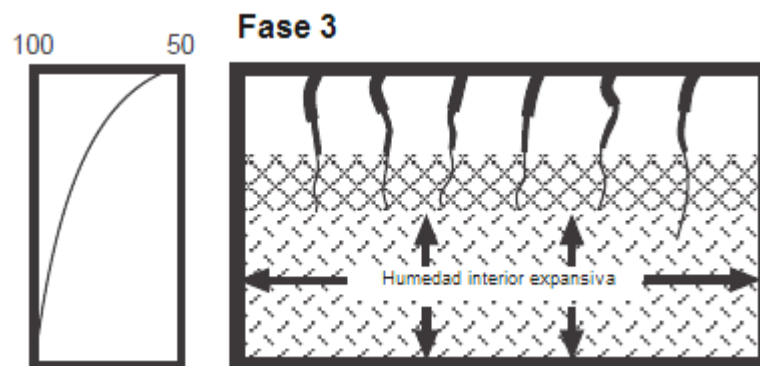
Figura 4. Fase 2 del agretamiento



Fuente: MEHTA, Kumar. Concreto. Estructura, propiedades y materiales. p. 103.

En la última fase del agretamiento, la reacción álcali-agregado continúa hasta que la sílice se termine, el pH se reduzca y haya suficiente secado superficial como observa a continuación:

Figura 5. Fase 3 del agretamiento



Fuente: MEHTA, Kumar. Concreto. Estructura, propiedades y materiales. p. 103.

2.5. Elementos del análisis instrumental

A los métodos más modernos para la separación y determinación de especies químicas, se les conoce en conjunto, como métodos instrumentales de análisis.

2.5.1. Tipos de métodos instrumentales

La mayor parte de propiedades características que se utilizan actualmente en análisis instrumental, requieren una fuente de energía para estimular una respuesta medible que procede del analito.

Tabla IV. **Propiedades químicas y físicas empleadas en los métodos instrumentales**

Propiedades	Métodos Instrumentales
Absorción de la radiación	Espectrofotometría y fotometría (rayos X, UV, visible, IR)

Fuente: SKOOG, Douglas. Principios de análisis instrumental. p. 2.

La relación se da entre el analito y la radiación electromagnética, en donde se implican cambios en el haz de radiación, producidos por su interacción con la muestra.

No siempre es fácil elegir el método óptimo de entre la cantidad de técnicas instrumentales disponibles, así como de sus homólogos clásicos. Algunas de ellas son más sensibles que las técnicas clásicas, pero otras no.

Un método instrumental puede ser más selectivo para ciertos compuestos o combinaciones de elementos; pero para otros, un análisis volumétrico o gravimétrico puede tener menores interferencias.

La balanza analítica electrónica moderna que se emplea en las determinaciones gravimétricas, es un instrumento más complejo y refinado que muchos de los usados en análisis instrumentales.

2.5.2. Instrumentos para el análisis

Un instrumento para el análisis químico, transforma la información relacionada con las propiedades físicas o químicas del analito en información que pueda ser manipulada e interpretada por un ser humano. Un instrumento analítico puede considerarse como un dispositivo de comunicación entre el sistema objeto de estudio y el científico.

En cualquier experimento analítico, ocurrirán errores aleatorios y sistemáticos. El error combinado estimado del resultado final, es referido como la incertidumbre.

La incertidumbre combina errores sistemáticos y aleatorios, y proporciona un intervalo realista de valores, dentro del cual está probablemente ubicado el verdadero valor de la cantidad medida.

2.5.3. Características de funcionamiento de los instrumentos: parámetros de calidad

Los parámetros de calidad o desempeño, son la expresión, en términos numéricos, de las características del funcionamiento de los instrumentos, los

cuales se utilizan para decidir si un determinado método instrumental es o no adecuado para resolver un problema analítico.

Tabla V. **Criterios numéricos para seleccionar métodos analíticos**

Criterio	Parámetro de calidad
Precisión	Desviación estándar absoluta, desviación estándar relativa, coeficiente de variación, varianza
Sesgo	Error absoluto sistemático, error relativo sistemático
Sensibilidad	Sensibilidad de calibración, sensibilidad analítica
Límite de detección	Blanco más tres veces la desviación estándar del blanco
Intervalo de concentración	Concentración entre el límite de cuantificación (LOQ) y el límite de linealidad (LOL)
Selectividad	Coficiente de selectividad

Fuente: SKOOG, Douglas. Principios de análisis instrumental. p. 12.

Los parámetros de calidad, permiten reducir la elección de los instrumentos a tan sólo unos pocos y entonces la selección entre ellos ya se hace con los criterios cualitativos de funcionamiento siguientes:

Tabla VI. **Otras características a tener en cuenta en la elección del método**

No.	Característica
1	Velocidad
2	Facilidad y comodidad
3	Habilidad del operador
4	Coste y disponibilidad del equipo
5	Coste por muestra

Fuente: SKOOG, Douglas. Principios de análisis instrumental. p. 12.

2.5.3.1. Precisión

La precisión de los datos analíticos, se define como el grado de concordancia mutua entre los datos que se han obtenido de una misma forma. Indica la medida del error aleatorio, o indeterminado, de un análisis.

Los parámetros de calidad para la precisión de los métodos analíticos son:

- Desviación estándar absoluta

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}} \quad \text{[Ecuación No. 1]}$$

Donde:

s = desviación estándar absoluta

x_i = valor numérico de la *i*ésima medida

\bar{x} = media de N medidas

N = total de medidas

- Desviación estándar relativa

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \quad \text{[Ecuación No. 2]}$$

- Desviación estándar de la media

$$s_m = \frac{s}{\sqrt{N}} \quad \text{[Ecuación No. 3]}$$

- Coeficiente de variación

$$CV = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% \quad \text{[Ecuación No. 4]}$$

2.5.3.2. Sensibilidad

La sensibilidad de un instrumento o de un método, es una medida de su capacidad de diferenciar pequeñas variaciones en la concentración del analito.

Dos factores limitan la sensibilidad: la pendiente de la curva de calibrado y la reproducibilidad o precisión del sistema de medida. Entre 2 métodos que tengan igual precisión, será más sensible aquel cuya curva de calibrado tenga mayor pendiente.

La definición cuantitativa de sensibilidad (IUPAC), es la sensibilidad de calibrado, que se define como la pendiente de la curva de calibrado a la concentración objeto de estudio.

$$S = mc + S_{bl} \quad \text{[Ecuación No. 5]}$$

Donde:

S = señal medida

c = concentración del analito

S_{bl} = señal instrumental de un blanco

m = pendiente de la línea recta

2.5.3.3. Límite de detección

Es la mínima concentración o la mínima masa de analito que se puede detectar para un nivel de confianza dado. Este límite depende de la relación entre la magnitud de la señal analítica y el valor de las fluctuaciones estadísticas de la señal del blanco.

$$c_m = \frac{S_m - \overline{S_{bl}}}{m} \quad \text{[Ecuación No. 6]}$$

Donde:

c_m = límite de detección

S_m = mínima señal analítica distinguible

$\overline{S_{bl}}$ = señal media del blanco

m = sensibilidad de calibrado (pendiente de la recta)

Un criterio de aceptación para el límite de detección, es que debe ser mínimo 2 veces el nivel del ruido.

2.5.3.4. Límite de cuantificación

Considerado como el límite de concentración más bajo para mediciones cuantitativamente precisas, es la concentración mínima de la sustancia de interés que puede ser cuantificada de manera confiable con una exactitud y precisión adecuada.

Típicamente es 10 a 20 veces el nivel del ruido.

2.5.3.5. Intervalo lineal

Va desde la concentración más pequeña a la que se puede realizar en medidas cuantitativas (LOQ), hasta la concentración a la que la curva de calibrado se desvía de la linealidad (LOL).

Para que un método analítico sea útil, debe tener un intervalo lineal de al menos, 2 órdenes de magnitud.

2.5.4. Calibración de los métodos instrumentales

Todos los métodos instrumentales requieren una calibración, proceso que relaciona la señal analítica medida con la concentración del analito. Existen 3 métodos más frecuentemente utilizados para la calibración, sin embargo, para fines de la presente investigación se detallará el que se utilizó.

2.5.4.1. Curvas de calibrado

Para realizar el método de la curva de calibrado, se introducen en el instrumento varios patrones que contienen concentraciones exactamente conocidas del analito, y se registra la señal instrumental. En condiciones ideales, el blanco contiene todos los componentes de la muestra original excepto el analito.

El éxito del método de la curva de calibrado, depende en gran medida, de la exactitud que tengan la concentración de los patrones y de lo que se parezca la matriz de los patrones a la de las muestras que se analizan.

2.5.5. Relación entre señal y ruido

Nunca se pueden obtener en el laboratorio datos sin ruido, ya que algunos tipos de ruido tienen su origen en efectos termodinámicos y cuánticos imposibles de evitar en una medida. En la mayoría de las medidas, el valor promedio de la señal de ruido R , es constante e independiente de la magnitud de la señal S . Así pues, el efecto del ruido en el error relativo de una medida, aumenta a medida que disminuye el valor de la cantidad medida.

Por esta razón, la relación señal/ruido (S/R), es un parámetro de calidad mucho más útil que el ruido, solo para describir la calidad de un método analítico o el funcionamiento de un instrumento. S/R viene dado por:

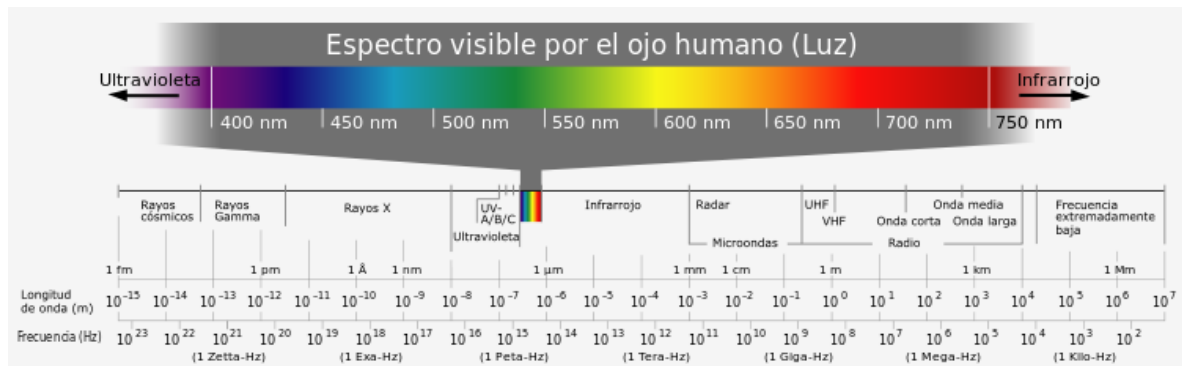
$$\frac{S}{R} = \frac{\text{media}}{\text{desviación estándar}} = \frac{\bar{x}}{s} \quad [\text{Ecuación No. 7}]$$

2.5.6. Emisión de radiación

La radiación electromagnética se origina cuando las partículas excitadas (átomos, iones o moléculas), se relajan a niveles de menor energía, cediendo su exceso de energía en forma de fotones.

En la figura 6, se muestran los intervalos de longitud de onda y de frecuencia de las regiones del espectro que interesan con fines analíticos.

Figura 6. **Regiones del espectro electromagnético**



Fuente: Luz. http://es.wikipedia.org/wiki/Haz_de_luz. Consulta: 25 de octubre de 2012.

2.5.7. Espectrofotometría

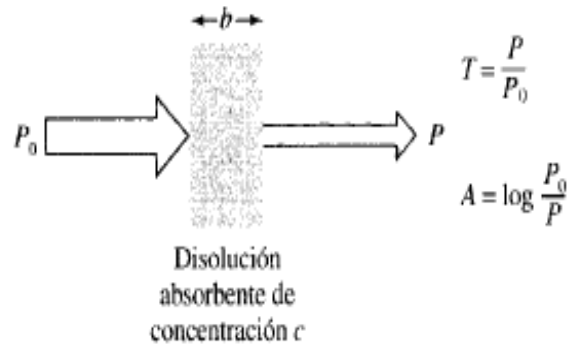
Es el estudio espectroscópico de una sustancia combinado con determinaciones de la luz que absorbe y transmite a diversas longitudes de onda.

2.5.8. Transmitancia

La transmitancia T del medio, es la fracción de radiación incidente transmitida por el medio. Como consecuencia de las interacciones entre los fotones y los átomos o moléculas absorbentes, la potencia del haz disminuye de P_0 a P .

$$T = \frac{P}{P_0} \quad \text{[Ecuación No. 8]}$$

Figura 7. **Atenuación de un haz de radiación por una disolución absorbente**



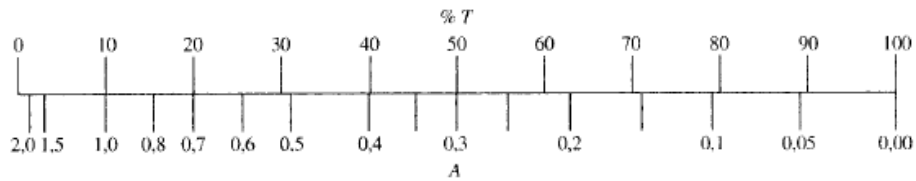
Fuente: SKOOG, Douglas. Principios de Análisis Instrumental. p. 147.

2.5.9. Absorbancia

Al contrario que con la transmitancia, la absorbancia de un medio aumenta cuando la atenuación del haz se hace mayor. La absorbancia de un medio se define por la ecuación:

$$A = -\log_{10}T = \log \frac{P_0}{P} \quad \text{[Ecuación No. 9]}$$

Figura 8. **Escala de un fotómetro**



Fuente: RUBINSON, Kenneth. Análisis Instrumental. p. 148.

2.5.10. Ley de Beer

Para una radiación monocromática, la absorbancia es directamente proporcional al camino óptico b , a través del medio y la concentración c de la especie absorbente.

2.5.10.1. Limitaciones

La ley de Beer describe de forma correcta el comportamiento de absorción de un medio que contiene concentraciones de analito relativamente bajas; en este sentido, es una ley límite. A concentraciones altas (generalmente mayor a 0,01 molar), la distancia media entre las moléculas responsables de la absorción, disminuye hasta el punto en que cada molécula altera la distribución de carga de las moléculas vecinas. Esta interacción, a su vez, puede alterar la capacidad de las moléculas para absorber la radiación de una determinada longitud de onda.

Como la magnitud de la interacción depende de la concentración, la aparición de este fenómeno da lugar a desviaciones de la linealidad entre la absorbancia y la concentración. La estrecha proximidad de los iones al absorbente, altera la absorptividad molar de este por interacciones electrostáticas; el efecto se reduce mediante dilución.

2.5.11. Ley de Lambert

Indica que la proporción de la radiación que una sustancia absorbe, es independiente de la dirección de la radiación incidente, por lo que será la misma para una muestra en cualquier parte de su superficie.

2.5.12. Ley de Lambert-Beer

Es el resultado de la combinación de las primeras 2 leyes mencionadas anteriormente. Esta ley relaciona la intensidad de luz entrante en un medio con la intensidad saliente después de que en dicho medio se produzca absorción.

$$A = \varepsilon b c \quad \text{[Ecuación No. 10]}$$

En donde ε representa una constante de proporcionalidad denominada absorptividad molar.

2.6. Acreditación de laboratorios

El crecimiento en la utilización de los sistemas de gestión de la calidad, ha incrementado la necesidad de asegurar que los laboratorios de calibración y ensayo puedan operar un sistema de gestión de la calidad que les permita demostrar su competencia técnica y a su vez, incorporarse fácilmente en cualquier entorno donde la organización opere un sistema de gestión de la calidad (ISO 9001), un sistema de gestión ambiental (ISO 14001) o un sistema de gestión integrado (calidad, ambiente, seguridad industrial y salud ocupacional).

La acreditación de laboratorios, es una manera de determinar la competencia técnica de los laboratorios para efectuar tipos específicos de ensayos o calibraciones. Al lograr la acreditación, el laboratorio obtiene un reconocimiento formal de su competencia, proporcionando a los clientes una manera de identificar y seleccionar servicios de ensayos o calibración confiables y capaces de cumplir con sus necesidades.

2.6.1. Criterios para obtener la acreditación

La acreditación de laboratorios emplea criterios y procedimientos específicamente desarrollados por el organismo de acreditación, para determinar la competencia técnica del laboratorio evaluado, asegurándoles a los clientes de esta manera, que los resultados de los ensayos o calibraciones, proporcionados por el laboratorio son correctos y confiables.

Muchos países alrededor del mundo tienen una o más organizaciones responsables por la acreditación de sus laboratorios nacionales. La mayoría de estos organismos de acreditación, han adoptado ISO/IEC 17 025 : 2 001; Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración, como el principal criterio del sistema de acreditación de sus laboratorios de ensayo y calibración. Esto ha ayudado a los países a emplear un enfoque uniforme para determinar la competencia de un laboratorio y ha estimulado a los laboratorios en la adopción de prácticas de ensayos y calibraciones internacionalmente aceptadas.

En Guatemala los organismos de acreditación de laboratorios, utilizan la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025, para evaluar los factores pertinentes a la habilidad de un laboratorio para producir resultados técnicamente válidos de ensayos o calibraciones, incluyendo pero no limitándose a:

- La competencia técnica del personal.
- Las instalaciones y las condiciones ambientales que afectan a los resultados de los ensayos o calibraciones.
- La validez de los métodos de ensayos o calibraciones utilizados.

- La capacidad de los equipos de medición, utilizados en la calibración o en el ensayo, para entregar resultados confiables y apropiados a las necesidades del laboratorio y el cliente.
- La trazabilidad de las mediciones a patrones nacionales, internacionales o cuando esto no sea posible la trazabilidad a patrones de consenso.
- Los procedimientos de muestreo que utiliza el laboratorio.
- El aseguramiento de la calidad de los resultados que emite el laboratorio.
- El informe de los resultados.

El organismo de acreditación para ensayos o calibraciones específicas, puede establecer criterios adicionales. En el caso de Guatemala, el organismo encargado es la Oficina Guatemalteca de Acreditación (OGA).

La acreditación es una herramienta de mercadeo muy efectiva para los laboratorios de ensayo y calibración, y una tarjeta de presentación para realizar ofertas a clientes que requieren de laboratorios que hayan sido evaluados independientemente por un organismo competente.

La acreditación de laboratorios, posee un amplio reconocimiento en el ámbito nacional e internacional, como un indicador confiable de competencia técnica. Muchas organizaciones solicitan que sus proveedores de servicios de ensayos o calibración se encuentren acreditados.

Entre los beneficios más significativos que aporta la acreditación, se encuentran:

- Aumento de la confianza de los clientes en los resultados de las calibraciones o ensayos ofrecidos.

- Mayor confianza y valor agregado en los certificados de calibración e informes de ensayos emitidos por los laboratorios acreditados.
- Evidencia de la evaluación del laboratorio por auditores competentes e independientes.
- Eliminación de auditorías múltiples.
- Autoevaluación y mejora técnica.
- *Marketing* de los servicios acreditados y conquista de nuevos mercados.
- Desarrollo de foros técnicos especializados.

2.6.2. Validación de métodos de análisis

En el caso de que se utilicen métodos oficiales, métodos normalizados o métodos de organismos nacionales o internacionales reconocidos, o basados en ellos, es posible que se necesite validación de los resultados (la validación es el acto de dar por buenos los resultados obtenidos). Cuando se utilicen estos métodos, los laboratorios deberán, antes de verificar ninguna muestra, verificar su capacidad para cumplir de forma satisfactoria todos los requisitos establecidos en dichos métodos.

El laboratorio debe solicitar a los fabricantes datos sobre validación y evidencias de que cumplen un sistema reconocido de aseguramiento de la calidad. Cuando no se disponga de datos complementarios, el laboratorio debería completar la validación del método antes de utilizarlo de forma rutinaria.

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1. Variables

Se determinaron las variables cuantitativas, dependientes e independientes para proceder a realizar la fase experimental del presente trabajo de investigación.

Tabla VII. **Cantidad total de deberes para el cumplimiento de requisitos técnicos de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025**

Numeral	Descripción	Cantidad de deberes
5.1	Generalidades	1
5.2	Personal	15
5.3	Instalaciones y condiciones ambientales	13
5.4	Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos	39
5.5	Equipos	23
5.6	Trazabilidad de la medición	20
5.7	Muestreo	9
5.8	Manejo de los objetos a ensayar y a calibrar	13
5.9	Aseguramiento de calidad de los resultados	7
5.10	Informe de los resultados	31
TOTAL		171

Fuente: elaboración propia.

Tabla VIII. **Definición de las variables independientes**

No.	Variable	Dimensional	Factor de diseño		Factor perturbador	
			Constante	Variable	Controlable	No controlable
Proceso						
1	Granulometría	µm	X		X	
2	Masa	g		X	X	
3	Humedad	%		X		X
4	Temperatura	°C	X		X	
5	Volumen	mL	X			
6	Presión	kPa	X		X	
7	Tiempo	h	X		X	
8	Longitud de onda	nm	X		X	
9	Transmitancia	%		X		X
10	Concentración del titulante	N		X		X
Variables dependientes						
11	Sc	mmol/L		X		X
12	Rc	mmol/L		X		X
Condiciones ambientales						
13	Humedad	%		X		X
14	Temperatura	°C		X		X

Fuente: elaboración propia.

Tabla IX. **Descripción de las variables dependientes**

No.	Variable	Descripción
1	Sc	Concentración de óxido de silicio en el filtrado original
2	Rc	Reducción en la alcalinidad

Fuente: elaboración propia.

3.2. Delimitación del campo de estudio

Se especifica el lugar físico en conjunto con las condiciones involucradas, en donde se llevó a cabo la realización de la fase experimental para el presente trabajo de investigación.

- Campo: ingeniería química
- Área: análisis instrumental
- Línea: validación de metodología
- Industria: agregados para concreto de cemento Portland
- Proceso: evaluación del cumplimiento de los requisitos técnicos de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025, para la realización del ensayo de reactividad potencial bajo la Norma ASTM C 289-07.
- Ubicación: Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ) del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII) de la Universidad de San Carlos de Guatemala (USAC), ciudad Universitaria, zona 12. Edificio T5, nivel 1.
- Clima: 15 a 25 grados Celsius en la ciudad de Guatemala.

3.3. Recursos humanos disponibles

Se especifica al personal involucrado que formó parte, tanto de la realización de la fase experimental, como del asesoramiento en la elaboración del informe del presente trabajo de investigación.

- Investigadora
 - Brenda Edith Marisol Barrios Fernández

- Asesor
 - Ing. Qco. César Alfonso García Guerra

- Co-asesora
 - Licda. Ingrid Lorena Benítez Pacheco

- Colaboradores
 - Claudia Carolina Corzo Dardón
 - Héctor Rolando Méndez Rossal

3.4. Recursos materiales disponibles

Se especifican los recursos empleados en la fase experimental, para lograr el cumplimiento de los objetivos del presente trabajo de investigación, los cuales fueron:

3.4.1. Equipo de medición

El equipo utilizado para la evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos para la realización del ensayo de reactividad potencial, en especial el utilizado para medir las variables que afectan directamente a la incertidumbre en la medición, se encontraba en óptimas condiciones de uso. Sin embargo, no todos contaban con su respectivo certificado de calibración. Para la validación del ensayo, es indispensable la calibración y certificación de estos instrumentos.

- Balanza analítica
- Bomba de vacío
- Bureta semiautomática
- Cronómetro
- Espectrofotómetro 10 UV/Vis
- Horno de convección forzada
- Tamiz de 300 micrómetros de agujero cuadrado
- Tamiz de 150 micrómetros de agujero cuadrado
- Termómetro
- Reactores de 50 a 75 mililitros de capacidad, hechos de acero inoxidable, equipados con tapaderas herméticas

3.4.2. Cristalería

La cristalería utilizada para la evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos para la realización del ensayo de reactividad potencial, en especial la que contribuye directamente a la incertidumbre de la medición, debía ser tipo A y contar con el certificado de calibración. Para fines del presente trabajo de investigación, se utilizó la cristalería existente, la cual fue:

- Balón aforado de 100 mililitros
- Balón aforado de 200 mililitros
- Celda espectrofotómetro
- Crisol Gooch de porcelana
- Kitasato
- Micropipeta de microlitros
- Pipeta volumétrica de 1 mililitros
- Pipeta serológica de 2 mililitros

- Pipeta volumétrica de 2 mililitros
- Pipeta volumétrica de 10 mililitros
- Pipeta volumétrica de 25 mililitros

3.4.3. Reactivos

La pureza de los reactivos utilizados para la evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos para la realización del ensayo de reactividad potencial, era de grado reactivo y contaba con su respectivo certificado de trazabilidad. Para fines del presente trabajo de investigación, se utilizó:

- Agua desmineralizada para uso industrial, agua pura Salvavidas, Tipo II
- Ácido clorhídrico, debe ser concentrado (1,19 kilogramo por litro)
- Ácido clorhídrico, mezclar volúmenes iguales de ácido clorhídrico (1,19 kilogramo por litro) y agua (1+1)
- Ácido clorhídrico estándar, aproximadamente 0,05 normal de ácido clorhídrico y estandarizado hasta $\pm 0,0001$ normal
- Ácido oxálico dihidratado
- Fenolftaleína
- Hidróxido de sodio, solución 1,000 $\pm 0,01$ normal y estandarizada hasta $\pm 0,001$ normal
- Molibdato de amonio ((NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O)
- Sílice, solución estándar conteniendo aproximadamente 10 milimol de sílice

Todas las soluciones se almacenaron en un contenedor plástico apropiado.

3.4.4. Equipo auxiliar

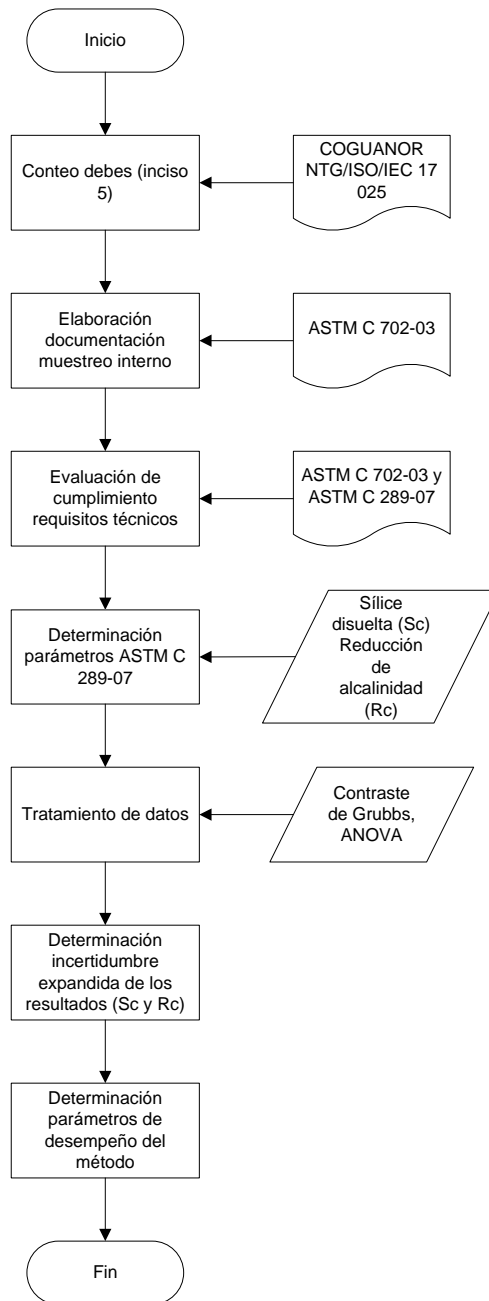
El equipo instrumental auxiliar utilizado para la evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos para la realización del ensayo de reactividad potencial, fue el siguiente:

- Agitador magnético
- Baño de agua
- Beacker de 500 mililitros
- Contenedor de goma para crisol en embudo
- Equipo de trituración y molido
- Erlenmeyer de 125 mililitros
- Espátula de acero inoxidable
- Guantes
- Kitasato
- Mascarilla
- Mayordomo
- Papel filtro de grado analítico
- Piseta de 500 mililitros
- Vidrio de reloj

3.5. Técnica cuantitativa

La técnica utilizada a lo largo de la evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos para la realización del ensayo de reactividad potencial, fue cuantitativa.

Figura 9. **Diseño general para la técnica cuantitativa**



Fuente: elaboración propia.

3.6. Recolección y ordenamiento de la información

Al obtener la información producida por los analistas, esta se colocó en el registro técnico propuesto para la realización del ensayo de reactividad potencial:

- Registro para la realización de los ensayos (métodos a ensayar): USAC-CII-QUINDLAFIQ-RG-331.

3.6.1. Procedimiento para el muestreo interno de la muestra a ensayar

El procedimiento propuesto para realizar el muestreo interno, se hizo en base al inciso 10. Procedimiento, de la Norma ASTM C 702-03, el cual procedió de la siguiente forma:

- Elaboración de un cono de la muestra sobre una superficie limpia y dura.
- Mezclado completo del material 3 veces de forma que cada mezcla se depositó encima de la mezcla precedente.
- Aplastamiento del cono uniformemente de forma que el diámetro fue de 4 a 8 veces el grosor.
- División de la masa aplanada en 4 partes iguales.
- Eliminación de 2/4 diagonalmente opuestos, incluyendo todo el material fino.
- Limpieza de los espacios liberados.
- Mezcla y cuarteo sucesivo del material restante, hasta que la muestra se redujo al tamaño deseado.

3.6.2. Procedimiento para la preparación de la muestra a ensayar

El procedimiento para la preparación de las muestras de agregado, se hizo en base al inciso 6. Selección y preparación de muestras para ensayo, de la Norma ASTM C 289-07, el cual procedió de la siguiente forma:

- Trituración de la muestra hasta que la muestra pasara un tamiz de 4,75 milímetros (n_o.4).
- Reducción de la muestra triturada hasta 300 ± 5 gramos.
- Tamizado de la muestra de 300 gramos, para que pasara un tamiz n_o. 50 (300 micrómetros) y descartando todo material que pasara por el tamiz n_o. 100 (150 micrómetros). Si la cantidad de material retenido en el tamiz n_o. 100 era menor que 100 gramos se descartó la muestra y se pulverizó una muestra nueva de 300 gramos.
- Lavado de la muestra sobre un tamiz n_o. 100 para asegurar que todo el material más fino fuera removido. No se lavó más de 100 gramos sobre un tamiz de 203 milímetros de diámetro a la vez.
- Secado de la muestra lavada a 105 ± 5 grados Celsius por 20 ± 4 horas.
- Enfriado de la muestra.

3.6.3. Procedimiento para la reacción de la muestra a ensayar

El procedimiento para la reacción de las muestras de agregado, se hizo en base al inciso 7. Procedimiento de reacción, de la Norma ASTM C 289-07, el cual procedió de la siguiente forma:

- Pesado de 3 porciones de $25 \pm 0,05$ gramos de la muestra seca.

- Colocación de una porción en cada uno de los 3 reactores e incorporación mediante una pipeta, 25 mililitros de solución estándar NaOH 1,000 normal.
- Incorporación mediante una pipeta 25 mililitros de la misma solución estándar de NaOH a un cuarto reactor, el cual se utilizó como blanco.
- Sellado de los 4 reactores y enroscado suave para liberar el aire atrapado.
- Colocación en el horno a $80 \pm 1,0$ grados Celsius.
- Después de $24 \pm \frac{1}{4}$ horas, remoción de los reactores del baño y enfriados por 15 ± 2 minutos, en agua corriendo a temperatura por debajo de 30 grados Celsius.
- Inmediatamente después de haber sido enfriados, apertura de los reactores y filtración de la solución del agregado residual utilizando un crisol Gooch de porcelana, con un disco de papel filtro de grado analítico. Ajuste del vacío a 51 kilopascales.
- Al completar la filtración, agitación del filtrado para asegurar homogeneidad y toma mediante una pipeta una alícuota de 10 mililitros de filtrado y dilución con agua hasta 200 mililitros en un matraz volumétrico.
- Transferencia de la solución hacia un contenedor de polietileno seco y limpio y cerrado mediante un tapón que encajaba ajustadamente.

3.6.4. Procedimiento para el análisis del filtrado

El procedimiento para el primer análisis del filtrado de las muestras de agregado, se hizo en base al inciso 8.3. Determinación de sílice disuelta por el método fotométrico, de la Norma ASTM C 289-07, el cual procedió de la siguiente forma:

- Preparación de la curva de calibración utilizando una solución patrón de silicato de sodio, variando concentraciones desde 0,0 hasta 0,5 milimol por litro, mediante diluciones.
- Lectura de la transmitancia de las diferentes soluciones a 410 nanómetros, en comparación con la del agua.
- Transferencia con la pipeta de una alícuota de 10 mililitros de solución diluida a 100 mililitros en el matraz volumétrico llenado hasta la mitad con agua.
- Incorporación de 2 mililitros de solución de molibdato de amonio y 1 mililitro de HCl (1+1), agitación del matraz en forma arremolinada y se dejó que la solución reposara 15 minutos.
- Incorporación de 1.5 ± 0.2 mililitros de solución de ácido oxálico, llenando el matraz con agua hasta la marca y se mezcló bien.
- Esperar que la solución reposara por 5.0 ± 0.1 minutos.
- Lectura de la concentración de sílice en la solución directamente de la curva de calibración.

El procedimiento para el segundo análisis del filtrado de las muestras de agregado, se hizo en base al inciso 8.4. Reducción en la alcalinidad de la Norma ASTM C 289-07, el cual procedió de la siguiente forma:

- Transferencia de una alícuota de 20 mililitros de solución diluida a un Erlenmeyer de 125 mililitros.
- Adición de 2 ó 3 gotas de solución de fenolftaleína.
- Titulación con HCl 0,05 normal hasta el punto de viraje de la fenolftaleína.

3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

De igual forma, los datos obtenidos por los analistas se manejaron en registros técnicos en físico y en software propuestos para la realización del ensayo de reactividad potencial.

3.7.1. Procedimiento para el procesamiento de datos

La información obtenida, al finalizar la fase experimental del presente trabajo de investigación, se procesó en la hoja de cálculo de Microsoft Excel de la computadora ubicada en LAFIQ/QI:

- Registro para el procesamiento de datos.

3.7.2. Procedimiento para determinación de los parámetros de calidad del método de ensayo

Se procedió a tabular los datos en las casillas correspondientes al registro para el procesamiento de datos, de forma que los resultados obtenidos se anotaron en el registro para validación de los métodos de ensayo:

- Registro para la validación de los métodos de ensayo: USAC-CII-QUINDLAFIQ-RG-337.

3.7.3. Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de la medición

Se procederá a tabular los datos en las casillas correspondientes al registro para el procesamiento de datos, de forma que los resultados de

incertidumbre estándar, $u(x)$, incertidumbre combinada del resultado, $u(\text{Res})$, contribución relativa de las fuentes de incertidumbre relativas, $u(x)/x$, e incertidumbre expandida, se determinen para los resultados de Sc y Rc obtenidos.

- Registro para la estimación de la incertidumbre de la medición: USAC-CII-QUINDLAFIQ-RG-338.a.

3.8. Análisis estadístico

Al obtener los resultados preliminares de las coordenadas para la determinación de sílice disuelta y reducción de alcalinidad, se procedió a utilizar 2 herramientas estadísticas, que resultaron idóneas para los fines del presente trabajo de investigación.

3.8.1. Datos anómalos

Para la clasificación de cada tipo de agregado en base al ensayo de reducción de la alcalinidad, en la figura X1.1 de la Norma ASTM C 289-07, se evaluaron las medias provenientes de los resultados de Sc y Rc obtenidos por cada analista.

Se utilizó el contraste de Grubbs para evaluar la presencia de datos anómalos de las medias respectivas. Este método se basa en la comparación de la desviación entre un valor sospechoso y la media muestral, con la desviación estándar de la muestra:

$$G = \frac{|\text{valor sospechoso} - \bar{x}|}{s} \quad [\text{Ecuación No. 11}]$$

Donde s se calcula incluyendo el valor sospechoso.

Para cada valor promedio obtenido de cada analista, se determinó el parámetro G , con el fin de verificar cuál debería ser descartado. Debido a que se obtuvo un tamaño de muestra de 3 en cada agregado, el valor crítico G de referencia es de 1,155 a un nivel de significación del 5 por ciento.

La utilización del contraste de Grubbs, es sumamente útil cuando aparece un valor sospechoso que debe rechazarse, ya que habría que tomar nuevas medidas, en especial si inicialmente se han tomado unas cuantas, lo cual implica utilización de recursos materiales, tiempo y personal. Por lo cual, dicho contraste lo recomienda ISO preferentemente al contraste de Dixon.

3.8.2. Medias muestrales

Al comparar la media de los resultados obtenidos por los diferentes analistas usando el mismo método químico, 2 posibles fuentes de variación pueden ser obtenidas, la primera que siempre está presente, es debida al error aleatorio en la medida.

La segunda fuente de variación posible, se debe a un factor controlado o de efecto fijo, el cual son los operadores que realizaron la valoración.

Se puede contrastar si una alteración del factor de control conduce a diferencias significativas entre los valores medios obtenidos.

Para ello se utilizó el análisis ANOVA, para determinar la veracidad de la hipótesis nula, siendo en este caso la atribución de la variación de las medias muestrales, debido únicamente a errores aleatorios a partir de la realización del

ensayo por parte de los tres analistas del Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos.

La estructura general utilizada para el análisis ANOVA aplicado al método fotométrico y al método volumétrico es la siguiente:

Tabla X. **Resumen de sumas de cuadrados y grados de libertad**

Fuentes de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	F crítico
Entre muestras	$n \sum_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2$	$h - 1$	$F_{h-1, N-h}$
Dentro de muestras	$\sum_i \sum_j (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$	$h(n - 1)$	
Total	$\sum_i \sum_j (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$	$hn - 1$	

Fuente: MILLER, James. Estadística y quimiometría para química analítica. p. 63.

El valor F, se utiliza para contrastar si la estimación entre muestras es significativamente más grande. Si el valor calculado de F es mayor que el valor crítico de F, se rechaza la hipótesis nula.

3.9. Plan de análisis de los resultados

Para el análisis de los resultados obtenidos, se utilizó un criterio objetivo, de forma que se tuvo presente la cuantificación de todos los parámetros involucrados para la determinación de los resultados.

3.9.1. Métodos y modelos de los datos

Los resultados obtenidos del trabajo de investigación, cumplen con los parámetros de precisión establecidos en la Norma ASTM C 289-07, con los parámetros estadísticos establecidos anteriormente y con los parámetros de calidad del ensayo de reactividad potencial que se lograron establecer.

3.9.2. Programas para el análisis de datos

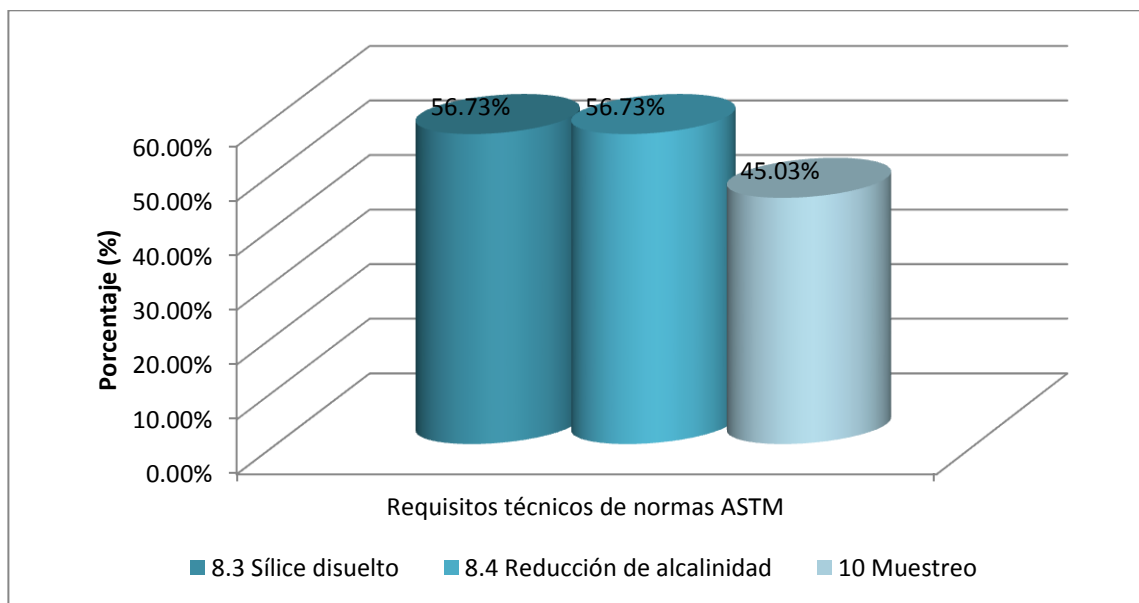
El software utilizado para el análisis de los datos obtenidos del presente trabajo de investigación, fue Windows Vista. A su vez se utilizaron los siguientes paquetes de Microsoft Office 2007:

- Microsoft Word: permitió crear y editar documentos profesionales.
- Microsoft Excel: permitió realizar cálculos, analizar información y ver datos en hojas de cálculo.
- Microsoft Visio: permitió crear diagramas de flujo de procedimientos.

4. RESULTADOS

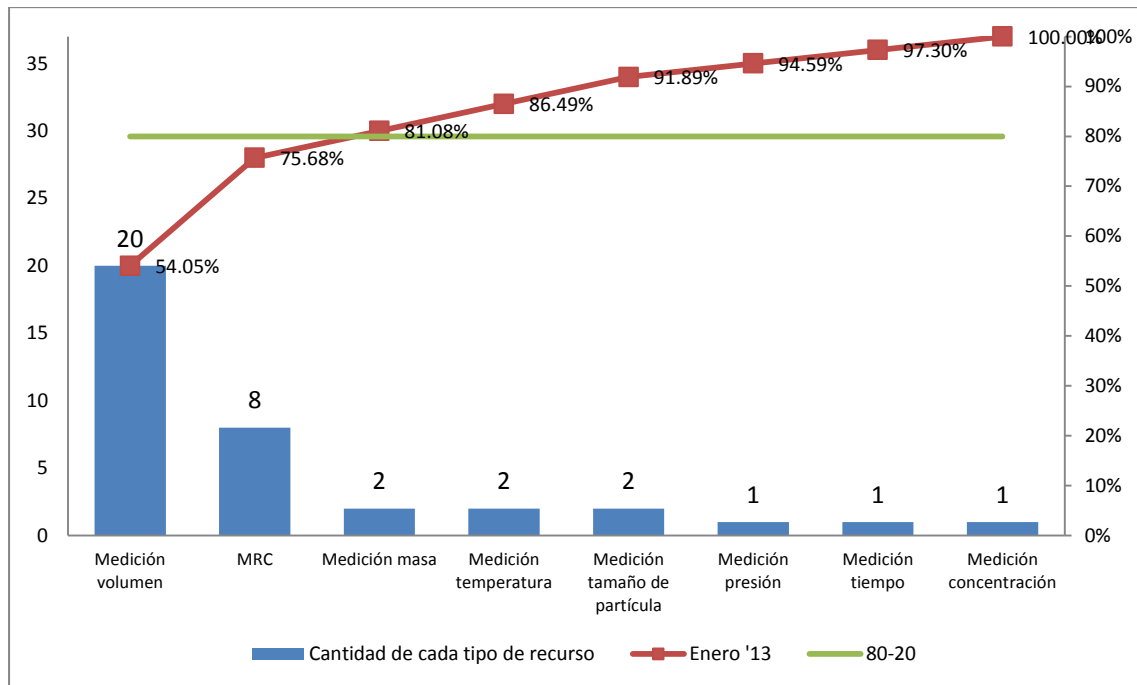
Los resultados serán utilizados como respaldo de que el Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos (LAFIQ/QI) del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII), puede implementar adecuadamente el método de ensayo estándar para reactividad potencial álcali-sílice de agregados (método químico), mediante el uso de las Normas ASTM C 702-03 y ASTM C 289-07.

Figura 10. **Evaluación del grado de cumplimiento de requisitos técnicos del numeral 5 de conformidad con la Norma COGUANOR/NTG/ISO/IEC 17 025**



Fuente: elaboración propia, apéndice 1 y 2.

Figura 11. Diagrama de Pareto de los recursos para la realización del ensayo de reactividad potencial en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI) a enero de 2013



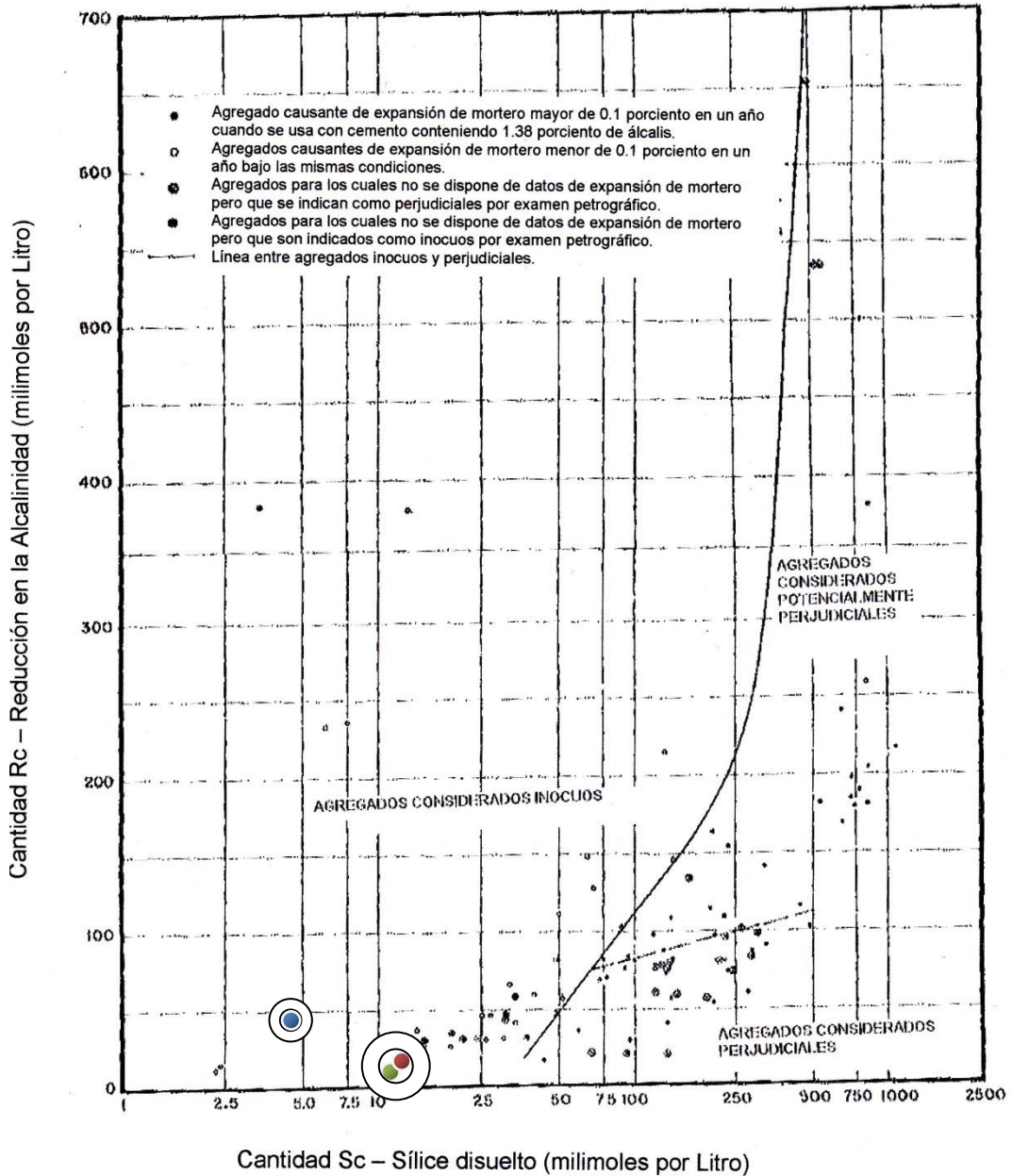
Fuente: elaboración propia, marco metodológico.

Tabla XI. Resultados de sílice disuelta y reducción de alcalinidad con su respectiva incertidumbre expandida para cada agregado

Agregado	Tipo	Norma	Sc (mM/L)	Rc (mM/L)
Grueso	Piedrín	Certificado	4,67 ± 1,42 (k=2)	47,94 ± 7,98 (k=2)
Fino 1	Arena estándar 20-30	ASTM C 778	19,33 ± 3,33 (k=2)	5,35 ± 0,89 (k=2)
Fino 2	Arena estándar	ASTM D 1556	18,00 ± 2,96 (k=2)	2,77 ± 0,45 (k=2)

Fuente: elaboración propia, muestra de cálculo.

Figura 12. **Coordenadas en figura X1.1 de sílice disuelta y reducción de alcalinidad para clasificar cada agregado evaluado según tabla X**



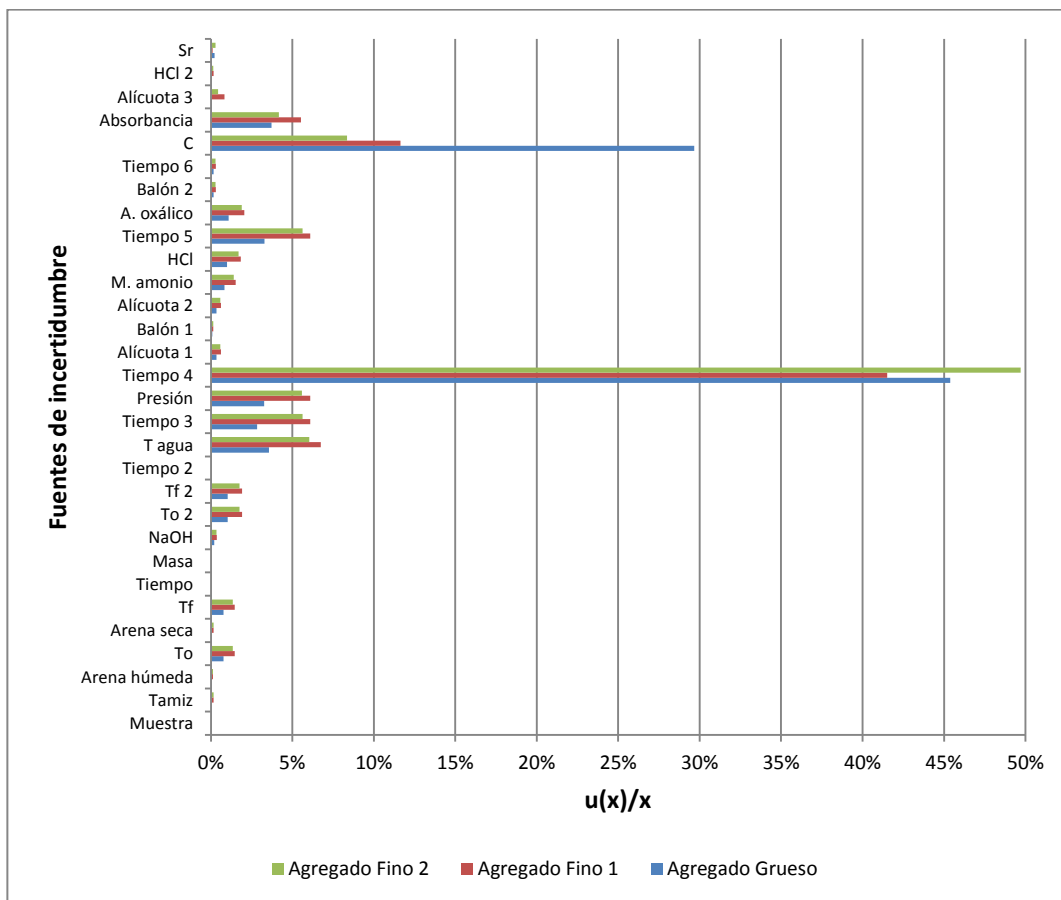
Fuente: Norma ASTM C 289-07.

Tabla XII. **Clasificación de agregados en base a Norma ASTM C 289-07**

Agregado	Color	Clasificación
Grueso	●	Inocuo
Fino 1	●	Inocuo
Fino 2	●	Inocuo

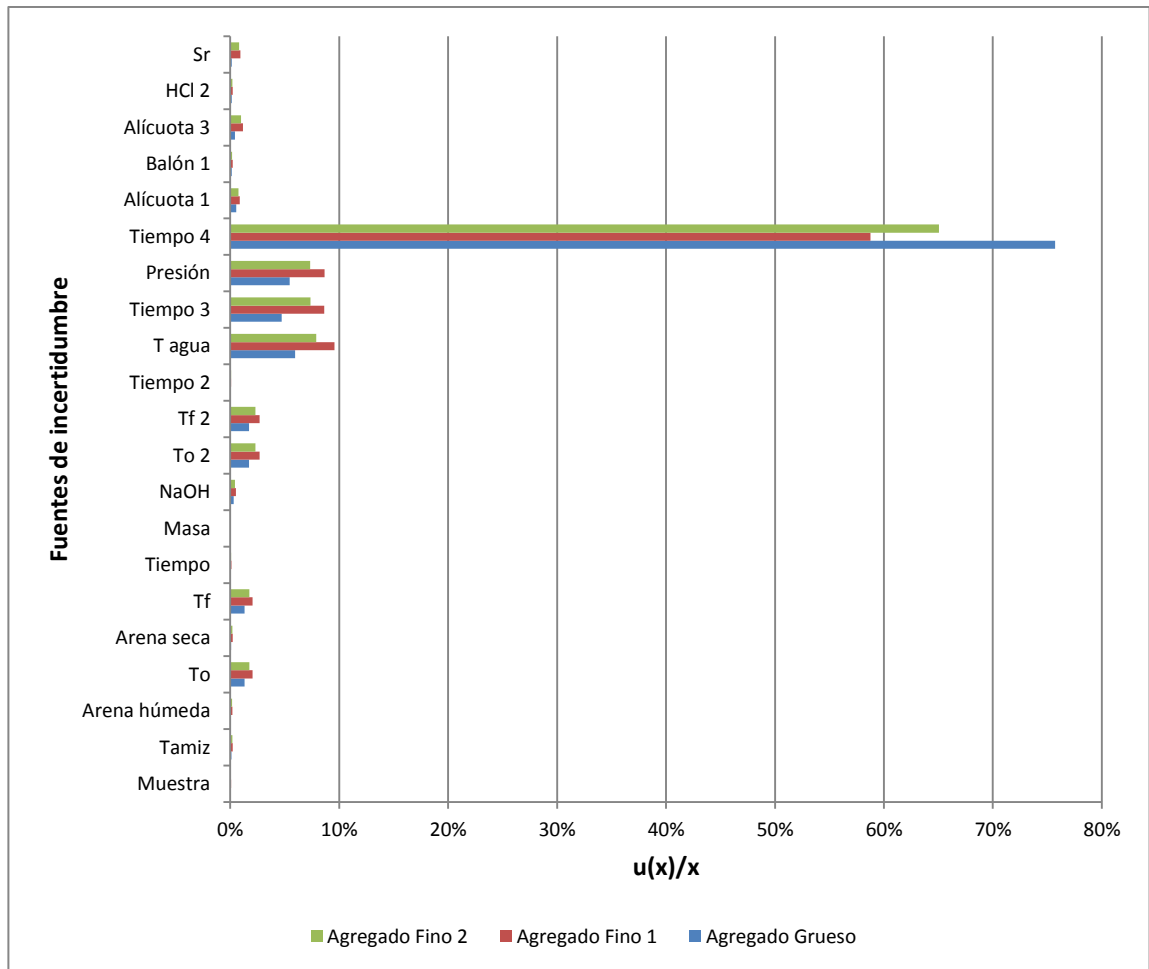
Fuente: Norma ASTM C 289-07.

Figura 13. **Contribución relativa de las fuentes de incertidumbre relativas para la determinación de sílice disuelta**



Fuente: elaboración propia, apéndice 4.

Figura 14. **Contribución relativa de las fuentes de incertidumbre relativas para la determinación de reducción de alcalinidad**



Fuente: elaboración propia, apéndice 4.

Tabla XIII. **Parámetros de desempeño para la precisión del método fotométrico**

Agregado	RSD	Sm	CV (%)
Grueso	0,303	0,017	30,30
Fino 1	0,084	0,045	8,45
Fino 2	0,233	0,116	23,31

Fuente: elaboración propia, muestra de cálculo.

Tabla XIV. **Parámetros de desempeño para la precisión del método volumétrico**

Agregado	RSD	Sm	CV (%)
Grueso	0,107	0,063	10,77
Fino 1	0,498	0,074	49,82
Fino 2	0,519	0,039	51,96

Fuente: elaboración propia, muestra de cálculo.

Tabla XV. **Parámetros de desempeño para la sensibilidad e intervalo lineal del método fotométrico**

Agregado	S (mM/L)	Intervalo lineal (mM/L)
Grueso	0,436	0,10 – 0,50
Fino 1	0,123	
Fino 2	0,336	

Fuente: elaboración propia, muestra de cálculo.

Tabla XVI. **Parámetros de desempeño para el límite de detección y límite de cuantificación del método fotométrico**

Agregado	Cm (A)	LQ (mM/L)
Grueso	0,011	14,142
Fino 1	0,090	16,329
Fino 2	0,102	41,952

Fuente: elaboración propia, muestra de cálculo.

Tabla XVII. **Repetibilidad de los analistas de LAFIQ/QI para cada determinación**

Analista	Sílice disuelta (%)	Reducción de alcalinidad (%)
A	5,59	2,07
B	14,78	2,44
C	4,22	0,53

Fuente: elaboración propia, registro para el procesamiento de datos.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

El presente trabajo de investigación, consistió en la evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos para la realización del ensayo de reactividad potencial de agregados que se lleva a cabo en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI) de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII).

Este ensayo se realiza en base a la Norma ASTM C 289-07: Método de ensayo estándar para reactividad potencial álcali-sílice de agregados (método químico). La evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos que se implementarán en el laboratorio, se realizó de conformidad con la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025: Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.

Se determinó el grado de cumplimiento de requisitos técnicos para los incisos 8.3 y 8.4 que corresponden a la determinación de sílice disuelta y reducción de alcalinidad respectivamente, de la Norma ASTM C 289-07. Se obtuvo un cumplimiento de 56,73 por ciento para cada inciso.

También se determinó el grado de cumplimiento de requisitos técnicos para el inciso 10 de la Norma ASTM C 702-03, que corresponde al fraccionamiento para el muestreo interno de los agregados. Se obtuvo un cumplimiento de 45,03 por ciento para este inciso.

Para complementar la evaluación de requisitos técnicos, se procedió a realizar el diagrama de Pareto que se presenta en la figura 11 (resultados), de forma que se determinó qué tipo de recursos es indispensable tener con su adecuada certificación debido a la calibración, trazabilidad o clasificación tipo A.

Se puede visualizar que los recursos que conforman los pocos vitales frente a los muchos triviales, son el instrumental para medición del volumen (54,05 por ciento) y los materiales de referencia certificados (75,68 por ciento).

Dado que la evaluación se realizó en enero de 2013, la adquisición de cristalería tipo A a finales del mes de agosto de 2013 en definitivo contribuirá tanto al incremento del cumplimiento de trazabilidad, como en el cumplimiento de determinación de incertidumbre expandida para la próxima evaluación, encauzando así el ensayo de reactividad potencial por el método químico para su validación en LAFIQ/QI.

La evaluación de los requisitos técnicos, se realizó en base a la lista de verificación de la tabla XVIII y XIX, de forma que se procedió a efectuar el conteo de los ítems de los incisos 5.1 a 5.10 de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025 y se ponderó el grado de cumplimiento de la documentación ya existente para la determinación de sílice disuelto, reducción de alcalinidad y fraccionamiento para el muestreo interno de agregados.

Para proceder con los resultados de la evaluación, el requisito técnico 5.1 que corresponde a generalidades, fue el único que se encontró en total cumplimiento para la determinación de sílice disuelto y reducción de alcalinidad.

Los analistas encargados de la realización del ensayo de reactividad potencial cuentan con educación formal, capacitación y experiencia apropiadas

que sustentan el grado de cumplimiento del requisito técnico 5.2 que corresponde a personal.

Ejemplo de ello son los cursos recibidos por los analistas A, B y C en septiembre de 2012 en el Centro de Investigación y Desarrollo de CEMENTOS PROGRESO, S.A. y en agosto y septiembre de 2012 en el Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII).

Sin embargo, deben actualizar su formación, habilidad y experiencia específicamente en la metodología del ensayo de reactividad potencial a través de la búsqueda de certificaciones en dicho ensayo, ya sea a través de cursos y capacitaciones internacionales o formación a partir de personal con más experiencia en dicho ensayo a nivel nacional e internacional.

Para el total cumplimiento del inciso 5.3, que corresponde a instalaciones y condiciones ambientales, deben implementar medidas para asegurar el orden y limpieza del laboratorio a través de la elaboración de programas que incluyan la calendarización, las áreas y la persona encargada.

En cuanto al inciso 5.5 que corresponde a equipos, se cuenta con el equipo de medición, instrumental y auxiliar requerido para cada etapa de la metodología de reactividad potencial. Cabe mencionar que la calibración del espectrofotómetro, bureta semiautomática y horno de convección forzada, contribuirán al total del cumplimiento para este inciso.

Para el inciso 5.6 de trazabilidad de la medición, cabe mencionar que la adquisición de cristalería tipo A y materiales de tipo material de referencia certificado, contribuyen al complemento de dicho inciso, pues actualmente se cuenta con los 3 tipos de agregados certificados y reactivos certificados.

Debido a que el fraccionamiento para el muestreo interno de agregados se implementó en el proceso de elaboración del presente trabajo, para el inciso 5.7 muestreo, se obtuvo la segunda ponderación con la mayor cantidad de cumplimiento de deberes, alcanzando un grado de cumplimiento de 4,68 por ciento.

En lo que respecta al muestreo interno, este se realiza para asegurar la homogeneidad de las muestras proporcionadas por el cliente, aunque el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI) excluye que dicha muestra proporcionada por el cliente sea representativa de la población, de la cual la extraen, lo cual es ajeno a LAFIQ/QI y se le aclara al cliente que bajo sus condiciones de muestreo se realiza la evaluación al agregado. Esto queda por escrito en el informe de resultados.

Para el cumplimiento del inciso 5.8 manejo de los objetos a ensayar y calibrar, se cuenta con más de la mitad de la documentación requerida, pero puede mejorarse y completarse. Esta conlleva procedimientos de transporte, manejo, protección, almacenamiento, conservación y disposición final de los objetos a ensayar. Dentro de este inciso, se sigue contemplando la importancia del muestreo interno de agregados para representatividad de la muestra.

Para el inciso 5.9 que refiere al aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y de calibración, se cuenta con procedimientos que contribuyen a 5 deberes cumplidos de 7 que establece la norma, por lo cual el grado de cumplimiento es del 2,92 por ciento para este requisito.

Para el inciso 5.10 informe de los resultados, se cuenta con un formato de informe que por sí solo cumple en un 5,85 por ciento los deberes correspondientes. Por lo que para obtener el total cumplimiento de este

requisito, se debe completar la información que debe contener el informe de los resultados, en base a los incisos 5.10.2 y 5.10.3.

El nivel del cumplimiento global de requisitos técnicos, se vio influenciado por la falta del procedimiento para el muestreo interno de agregados, ya que como se mencionó con anterioridad, este se implementó y evaluó durante la elaboración del presente trabajo de investigación, por lo que contribuye directamente al grado de cumplimiento global a partir del inciso 5.7.

Como puede notarse los objetivos 1, 2 y 3, fueron alcanzados y puede visualizarse el grado de cumplimiento para cada inciso de una forma gráfica en la figura 10 (resultados).

Para cumplir con los objetivos 4 y 5, se procedió a realizar pruebas colaborativas entre 3 analistas del Laboratorio de Análisis Físicoquímicos a partir de 3 tipos de agregados certificados. El agregado grueso es certificado, el agregado fino 1 está certificado por la Norma ASTM C 778 y el agregado fino 2 está certificado por la Norma ASTM D 1556.

Como se observa en la figura 12, la clasificación del agregado grueso y los 2 agregados finos, fue de agregados considerados inocuos. Esto debido a que se obtuvo las coordenadas (4,67; 47,94) para el agregado grueso, (19,33; 5,35) para el agregado fino 1 y (18,00; 2,77) para el agregado fino 2.

Las coordenadas de los 3 agregados, se observan cercanas entre ellos y, en la región correspondiente a los agregados causantes de expansión de mortero menor de 0,1 por ciento en un año bajo las mismas condiciones, siendo el área que representa la minoría de efectos dañinos por intemperización a causa de actividad química indeseable en la matriz del concreto.

Es por ello que es válido considerar que los agregados que se clasifiquen como inocuos, pueden utilizarse con una pasta de cemento con un contenido de hasta 0,60 por ciento de álcalis. Además se debe tener en cuenta otros factores que afectan la reactividad álcali-sílice; tales como las condiciones de humedad, secado y temperatura, entre otras.

Cabe mencionar que no se ha encontrado un respaldo técnicamente veraz para la clasificación de los resultados obtenidos para la reactividad potencial por medio del método químico, debido a que la gráfica carece de límites alrededor de la línea de tendencia que puedan delimitar las áreas de categorización de agregados.

A partir de los resultados obtenidos para cada agregado, se les determinó sus respectivas incertidumbres expandidas para propiciar el cumplimiento de requisitos técnicos, específicamente con el inciso 5.4.6.

Luego de obtener las incertidumbres expandidas tomando en cuenta un factor de cobertura (k) de 2 para un nivel de confianza del 95 por ciento, se procedió a determinar la contribución relativa de las distintas fuentes de incertidumbre estándar, tanto para la determinación de sílice disuelta como para la reducción de alcalinidad.

En la figura 13 (resultados), se observa que para la determinación de sílice disuelta el segundo factor de incertidumbre relativa de mayor contribución en la incertidumbre expandida del resultado, es la concentración obtenida por el espectrofotómetro a partir de la curva de calibración.

Tanto para la determinación de sílice disuelta como para la reducción de alcalinidad, figura 14 (resultados), el factor crítico de incertidumbre relativa de

mayor contribución a la incertidumbre expandida de los resultados, es la medición del tiempo de filtración de cada agregado obtenido por cada analista.

Por tal razón, la calibración del espectrofotómetro y la estandarización del tiempo de filtración, contribuirán en una forma certera a la incertidumbre de la medición de los resultados de sílice disuelta y reducción de alcalinidad.

Para la determinación de la precisión del método fotométrico y volumétrico, se obtuvieron los parámetros de desempeño de desviación estándar relativa, desviación estándar de la media y coeficiente de variación para la precisión del método, correspondientes a cada agregado como se muestra en la tabla XIII y tabla XIV (resultados).

Con el método fotométrico, se obtuvo el menor coeficiente de variación para el agregado fino 1, siendo de 8,45 por ciento. Con el método volumétrico se obtuvo el menor coeficiente de variación para el agregado grueso, siendo de 10,77 por ciento. Lo cual indica que sí es posible obtener un grado de concordancia mutua entre los datos de cada agregado con una medida del error aleatorio menor al 10,00 por ciento, tanto para el método fotométrico como para el método volumétrico.

Los parámetros de sensibilidad, intervalo lineal, límite de detección y límite de cuantificación, se determinaron únicamente para el método fotométrico, ya que es el método que cuenta con una curva de calibración.

La mayor sensibilidad de calibrado del método fotométrico se obtuvo al evaluar el agregado grueso, siendo de 0,436 milimol por litro y la menor sensibilidad de calibrado se obtuvo al evaluar el agregado fino 1, siendo de 0,124 milimol por litro.

Como se observa en la tabla XV también se indica el intervalo lineal del método, el cual es de 0,1 milimol por litro a 0,5 milimol por litro, por lo que la capacidad que tiene el método para detectar las pequeñas variaciones en la concentración del analito se encuentra dentro del rango del intervalo lineal de la curva de calibración.

En la tabla XVI, de la sección de resultados se observan los límites de detección y cuantificación del método, siendo el menor límite de detección de 0,090 de absorbancia, obtenido en la evaluación del agregado fino 1 y el mayor límite de detección de 0,011 de absorbancia obtenido en la evaluación del agregado grueso.

El menor límite de cuantificación fue de 14,142 milimol por litro obtenido en la evaluación del agregado grueso y el mayor límite de cuantificación fue de 16,329 milimol por litro obtenido en la evaluación del agregado fino 2.

Los parámetros de desempeño o de calidad del método fotométrico y volumétrico presentados, sustentan el hecho que la metodología para la reactividad potencial de agregados por el método químico que maneja el Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos, es la adecuada.

Tanto para la obtención de los resultados como para la determinación de los parámetros de desempeño de la metodología de reactividad potencial, se realizó el análisis del promedio de los resultados utilizando el contraste de Grubbs para descartar los datos anómalos.

Para los datos correspondientes al agregado grueso no se descartó ningún grupo de datos, debido a que el valor calculado de G no excedió el valor

crítico G de referencia, que es de 1,155 a un nivel de significación del 5 por ciento.

Al aplicar el contraste de Grubbs a los datos correspondientes al agregado fino 1, se obtuvo un valor calculado de G de 1,1609 para la reducción de alcalinidad correspondiente al analista B. Se observa que tanto para el blanco como para la muestra 1, el volumen de ácido clorhídrico consumido resultó ser el mismo, atribuyéndose el descarte de los datos correspondientes debido a un error sistemático.

Dado que los resultados se reportan en coordenadas (S_c , R_c), al descartar los datos del analista B para la reducción de alcalinidad, también deben descartarse para la determinación de sílice disuelta.

De igual forma se procedió para los datos correspondientes al agregado fino 2, pues se obtuvo un valor calculado de G de 1,958 para la reducción de alcalinidad correspondiente al analista C. A su vez se puede atribuir el descarte de datos debido a un error sistemático, ya que en esta ocasión el volumen de ácido clorhídrico consumido para las muestras 2 y 3, resultó ser mayor que el volumen consumido para el blanco.

Se puede observar también la repetibilidad obtenida por cada analista a partir del estudio colaborativo, siendo el analista C el más preciso para la determinación de sílice disuelta y siempre el analista C el más preciso para la determinación de reducción de alcalinidad como se observa en la tabla XVII (resultados).

Por último, para verificar la hipótesis planteada se utilizó una valiosa herramienta estadística de contraste de significación: el análisis de varianza

(ANOVA), de forma que proporciona un indicio del grado en el que la metodología de reactividad potencial se encuentra libre de errores sistemáticos, a pesar de la variación de los factores controlados, en este caso los analistas que realizan el ensayo y el tipo de agregado.

De la tabla CXVIII y tabla CXIX en la sección de anexos, se observa que los valores de F calculados, son mayores que los valores del F crítico correspondientes, tanto a las variaciones entre muestras (diferentes tipos de agregados) como a las variaciones entre columnas (diferentes analistas).

Dado que la probabilidad correspondiente a cada fuente de variación es menor al 5 por ciento, el nivel de significancia, se puede afirmar que la hipótesis nula se rechaza. Esto implica que la variación de los analistas y los tipos de agregados conllevan variación de las medias muestrales, debidas a errores no solamente aleatorios sino también sistemáticos.

CONCLUSIONES

1. El cumplimiento de requisitos técnicos a implementar en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI) para la realización del ensayo de reactividad potencial bajo las Normas ASTM C 702-03 y C 289-07, fue evaluado a partir de la documentación correspondiente.
2. La implementación y evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos para el inciso 10 de la Norma ASTM C 702-03, para el fraccionamiento del muestreo interno de agregados, permitió obtener un grado de cumplimiento parcial.
3. La evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos para el inciso 8.3 de la Norma ASTM C 289-07, para la determinación de sílice disuelta, permitió obtener un grado de cumplimiento parcial.
4. La evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos para el inciso 8.4 de la Norma ASTM C 289-07, para la reducción de alcalinidad, permitió obtener un grado de cumplimiento parcial.
5. El cumplimiento global de requisitos técnicos, en conformidad con la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025, para la metodología de reactividad potencial, está en cumplimiento parcial quedando al pendiente lo relativo a calibraciones.

6. El valor de referencia para la concentración de sílice disuelta del agregado grueso es de $4,67 \pm 1,42$ mmol/L ($k=2$) y de $47,94 \pm 7,98$ mmol/L ($k=2$) para la reducción de alcalinidad.
7. El valor de referencia para la concentración de sílice disuelta del agregado fino 1, es de $19,33 \pm 3,33$ mmol/L ($k=2$) y de $5,35 \pm 0,89$ mmol/L ($K=2$) para la reducción de alcalinidad.
8. El valor de referencia para la concentración de sílice disuelta del agregado fino 2, es de $18,00 \pm 2,95$ mmol/L ($k=2$) y de $2,77 \pm 0,45$ mmol/L ($k=2$) para la reducción de alcalinidad.
9. A partir de la evaluación realizada a las muestras patrón del agregado grueso y de los agregados finos, se clasificaron como agregados inocuos, por lo que se pueden tomar como materiales de referencia para posteriores evaluaciones de LAFIQ/QI.
10. Los parámetros de desempeño para la precisión, sensibilidad, intervalo lineal, límite de detección y límite de cuantificación del método fotométrico, fueron cuantificados para la determinación de sílice disuelta.
11. Los parámetros de desempeño para la precisión del método volumétrico, fueron cuantificados para la determinación de reducción de alcalinidad.
12. Con base en los parámetros de desempeño obtenidos para los métodos fotométrico y volumétrico se determinó que la metodología de reactividad potencial puede realizarse con un desempeño adecuado para su uso en LAFIQ/QI.

13. El analista con la mejor repetibilidad, para la determinación tanto de sílice disuelta como de reducción de alcalinidad, resultó ser el analista C.
14. La necesidad de inversión de recursos en la metodología del ensayo de reactividad potencial para eliminar los errores sistemáticos presentes es evidente.

RECOMENDACIONES

1. Calibrar el espectrofotómetro cada 6 meses para aumentar el grado de cumplimiento de requisitos técnicos del inciso 8.3 de la Norma ASTM C 289-07, para la determinación de sílice disuelta.
2. Calibrar la bureta semiautomática cada 6 meses para aumentar el grado de cumplimiento de requisitos técnicos del inciso del inciso 8.4 de la Norma ASTM C 289-07, para la reducción de alcalinidad.
3. Realizar una capacitación que contribuya a la formación de los analistas en materia del procedimiento de fraccionamiento para muestreo de agregados.
4. Divulgar al personal interno de LAFIQ/QI la metodología completa de reactividad potencial y mantener en cumplimiento la elaboración del ensayo y el manejo de la documentación correspondiente.
5. Realizar un plan preventivo para la adquisición de cristalería de forma que no se deba esperar a gestionar los recursos hasta cuando ya no se cuente con los mismos.
6. Determinar el conjunto de pruebas que se deben realizar a los agregados, para sugerir a los clientes, en base a los resultados obtenidos de la clasificación de agregados por el método químico.

7. Establecer un margen de tolerancia alrededor de la figura X1.1 de la Norma ASTM C 289-07, que permita una categorización adecuada de agregados para evitar obtener resultados erróneos.
8. Utilizar agregados gruesos y finos clasificados categóricamente tanto inocuos como deletéreos para mejorar la disponibilidad del manejo de materiales de referencia en la realización del ensayo de reactividad potencial.
9. Realizar pruebas colaborativas entre los analistas para determinar la repetibilidad de los mismos para el ensayo de reactividad potencial en un periodo de tiempo no mayor a 6 meses.

BIBLIOGRAFÍA

1. American Society for Testing Materials. *Método de ensayo estándar para reactividad potencial álcali-sílice de agregados (método químico)*. C 289. 3a ed. USA: ASTM International, 2007. 10 p.
2. _____. *Standard Practice for Reducing Samples of Aggregate to Testing Size*. C 702. 3a ed. USA: ASTM International, 2003. 4 p.
3. CANCINOS CASTILLO, Edwin Roberto. *Evaluación de implementación para la validación técnica de los ensayos de galvanizado bajo las Normas ASTM A 90-81 y ASTM A 239-89, que se realizan en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos de la sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería*. Trabajo de graduación de Ing. Química. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2012. 149 p.
4. Comisión Guatemalteca de Normas. *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*. COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025. 2a ed. Guatemala: COGUANOR, 2001. 38 p.
5. ECUTÉ BANTES, Francisco Javier. *Evaluación y variabilidad de las propiedades de los agregados de dos plantas, una en Escuintla y la otra en Tecún Umán*. Trabajo de graduación de Ing. Civil. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2003. 41 p.

6. GÓMEZ BOSARREYES, Sonia Pamela. *Modelo administrativo para el cumplimiento de los requisitos de gestión de calidad ISO 17 025 en el ensayo de reactividad potencial de la Sección de Química Industrial*. Trabajo de graduación de Ing. Industrial. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2011. 288 p.
7. HERNÁNDEZ SAMPIERI, Roberto; FERNÁNDEZ COLLADO, Carlos; BAPTISTA LUCIO, Pilar. *Metodología de la Investigación*. 3a ed. México: Editorial McGraw Hill, 2003. 705 p. ISBN: 970-10-3632-8.
8. HERRERA VILLATORO, Ludwyg Cristóbal. *Caracterización e investigación geológica de los materiales utilizados en la construcción civil en Guatemala*. Trabajo de graduación de Ing. Civil. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2005. 208 p.
9. HORST, Frank. *Espectro electromagnético* [en línea]. Wikipedia. *Espectro visible*. <http://es.wikipedia.org/wiki/Haz_de_luz> [Consulta: 25 de octubre de 2012].
10. KOSMATKA, Steven; KERHOFF, Beatriz; PANARESE, William; JUSSARA Tanesi. *Manual de la Construcción con Concreto*. USA: Portland Cement Association, 2004. 448 p. ISBN: 0-89312-233-5.
11. KUMAR, Mehta; MONTEIRO, Paulo. *Concreto. Estructura, propiedades y materiales*. México: Instituto Mexicano del concreto y del cemento, 1998. 381 p. ISBN: 9-68464-083-8.

12. MERRITT, Frederick; RICKETTS, Jonathan. *Manual de la construcción con concreto*. 5a ed. USA: McGraw Hill, 1997. 952 p. ISBN: 9-78958-600-668-2.
13. MILLER, James; MILLER, Jane. *Estadística y quimiometría para química analítica*. MATÉ JIMÉNEZ, Carlos; IZQUIERDO HORNILLOS, Roberto (Trad.). 4a ed. España: Pearson Educación, S.A., 2002. 296 p. ISBN: 84-205-3514-1.
14. ORTÍZ DE LEÓN, Evelyn Elizabeth. *Calidad de agregados producidos en Guatemala*. Trabajo de graduación de Ing. Civil. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2004. 111 p.
15. RUBINSON, Kenneth; RUBINSON, Judith. *Análisis Instrumental*. LARRAURI ROS, Luis (Trad.). España: Pearson Educación, S.A., 2001. 872 p. ISBN: 84-205-2988-5.
16. SAGRADO, Salvador; BONET, Emilio; MEDINA, María José; MARTÍN, Yolanda. *Manual práctico de calidad en los laboratorios*. Enfoque ISO 17 025. España: AENOR, 2005. 376 p. ISBN: 84-8143-415-9.
17. SKOOG, Douglas; HOLLER, James; NIEMAN, Timothy. *Principios de Análisis Instrumental*. MARTÍN GÓMEZ, María del Carmen (Trad.). 5a ed. España: McGraw Hill, 2001. 1028 p. ISBN: 0-03-002078-6.
18. WADDELL, Joseph; DOBROWOLSKI, Joseph. *Manual de la Construcción con Concreto*. USA: McGraw Hill, 1997. 437 p. ISBN: 9-70101-252-6.

APÉNDICES

Tabla XVIII. Lista de verificación para el cumplimiento de requisitos técnicos 5.1 – 5.5 de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025

COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025				ASTM C 289-07				ASTM C 702-03	
No.	Descripción	Inciso	Debe	8.3	%	8.4	%	10	%
5.1	Generalidades	5.1.2	1	1	0,58%	1	0,58%	0	0,00%
		<i>Total</i>	1	1		1		0	
5.2	Personal	5.2.1	3	3	5,85%	3	5,85%	0	1,17%
		5.2.2	4	2		2		0	
		5.2.3	2	2		2		2	
		5.2.4	2	2		2		0	
		5.2.5	4	1		1		0	
		<i>Total</i>	15	10		10		2	
5.3	Instalaciones y condiciones ambientales	5.3.1	4	3	5,26%	3	5,26%	1	2,92%
		5.3.2	3	2		2		0	
		5.3.3	2	2		2		2	
		5.3.4	2	2		2		2	
		5.3.5	2	0		0		0	
		<i>Total</i>	13	9		9		5	
5.4	Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos	5.4.1	3	2	17,54%	2	17,54%	1	15,79%
		5.4.2	8	7		7		5	
		5.4.3	3	2		2		2	
		5.4.4	5	5		5		5	
		5.4.5	8	5		5		5	
		5.4.6	8	8		8		8	
		5.4.7	4	1		1		1	
		<i>Total</i>	39	30		30		27	
5.5	Equipos	5.5.1	2	2	8,19%	2	8,19%	2	7,02%
		5.5.2	5	4		4		4	
		5.5.3	2	2		2		2	
		5.5.4	1	1		1		0	
		5.5.5	2	1		1		0	
		5.5.6	1	0		0		0	
		5.5.7	5	4		4		4	
		5.5.8	1	0		0		0	
		5.5.9	1	0		0		0	
		5.5.10	1	0		0		0	
		5.5.11	1	0		0		0	
		5.5.12	1	0		0		0	
		<i>Total</i>	23	14		14		12	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIX. **Lista de verificación para el cumplimiento de requisitos técnicos 5.6 – 5.10 de la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025**

COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025				ASTM C 289-07				ASTM C 702-03	
No.	Descripción	Inciso	Debe	8.3	%	8.4	%	10	%
5.6	Trazabilidad de la medición	5.6.1	3	1	1,17%	1	1,17%	0	0,00%
		5.6.2	9	1		1		0	
		5.6.3	8	0		0		0	
		<i>Total</i>	<i>20</i>	<i>2</i>		<i>2</i>		<i>0</i>	
5.7	Muestreo	5.7.1	5	4	4,68%	4	4,68%	4	4,68%
		5.7.2	2	2		2		2	
		5.7.3	2	2		2		2	
		<i>Total</i>	<i>9</i>	<i>8</i>		<i>8</i>		<i>8</i>	
5.8	Manejo de los objetos a ensayar y a calibrar	5.8.1	1	1	4,68%	1	4,68%	1	4,68%
		5.8.2	4	3		3		3	
		5.8.3	3	1		1		1	
		5.8.4	5	3		3		3	
		<i>Total</i>	<i>13</i>	<i>8</i>		<i>8</i>		<i>8</i>	
5.9	Aseguramiento de la calidad de los resultados	5.9.1	5	4	2,92%	4	2,92%	4	2,92%
		5.9.2	2	1		1		1	
		<i>Total</i>	<i>7</i>	<i>5</i>		<i>5</i>		<i>5</i>	
5.10	Informe de los resultados	5.10.1	4	2	5,85%	2	5,85%	2	5,85%
		5.10.2	3	0		0		0	
		5.10.3	2	0		0		0	
		5.10.4	7	3		3		3	
		5.10.5	4	2		2		2	
		5.10.6	3	1		1		1	
		5.10.7	1	0		0		0	
		5.10.8	3	2		2		2	
		5.10.9	4	0		0		0	
		<i>Total</i>	<i>31</i>	<i>10</i>		<i>10</i>		<i>10</i>	
PROMEDIO DEL CUMPLIMIENTO DE REQUISITOS TÉCNICOS				56,73%		56,73%		45,03%	

Fuente: elaboración propia.

1. Muestra de cálculo

1.1 Conversión de minutos de cada tiempo a horas

$$H = a + \frac{h}{60} \quad \text{[Ecuación No. 12]}$$

Donde:

H = tiempo convertido (h)

a = tiempo original (h)

h = tiempo original (min)

Ejemplo: conversión de los minutos del tiempo inicial en la etapa de preparación para el agregado grueso del analista A de la tabla XXII.

$$H = 10 + \frac{22}{60}$$

$$\mathbf{H = 10,37 \text{ min}}$$

De igual forma se realizaron los cálculos de los tiempos de cada etapa para cada agregado de cada analista de las tablas XXIII y XXIV.

1.2 Cálculo del tiempo neto de permanencia del agregado en las diferentes etapas del ensayo

$$\Delta Hora = b + (Hora_f - Hora_o) \quad \text{[Ecuación No. 13]}$$

Donde:

Δ Hora = tiempo neto (h)

b = rango original a partir de la norma en cada etapa (h)

Hora_f = tiempo final (h)

Hora_o = tiempo inicial (h)

Ejemplo: determinación del tiempo neto de calentamiento del agregado grueso del analista A en el horno en las diferentes etapas del ensayo de la tabla XXV.

$$\Delta Hora = 24 + (10,33 - 10,33)$$

$$\Delta Hora = 24,00 \text{ horas}$$

De igual forma se realizaron los cálculos de los tiempos netos de cada etapa para cada tipo de agregado de las tablas XXVI-XXXI.

1.3 Conversión de la presión de filtración en la etapa de elaboración

$$Presión = p \times \frac{100 \text{ kPa}}{1 \text{ bar}} \quad [\text{Ecuación No. 14}]$$

Donde:

Presión = conversión de la presión a unidades de Norma ASTM C289-07 (kPa)

p = lectura directa de la presión en el manómetro (bar)

Ejemplo: conversión de la presión de filtración en la etapa de elaboración para el agregado grueso del analista A de la tabla XXXI.

$$\text{Presión} = 0,50 \text{ bar} \times \frac{100 \text{ kPa}}{1 \text{ bar}}$$

$$\text{Presión} = 50 \text{ kPa}$$

De la misma forma se realizaron las conversiones de las presiones de filtración para cada agregado en cada corrida de cada analista de las tablas XXXII y XXXIII.

1.4 Conversión de la absorbancia

$$T = -\log(A) \quad \text{[Ecuación No. 15]}$$

Donde:

T = transmitancia (%)

A = absorbancia (adimensional)

Ejemplo: conversión de absorbancia a transmitancia de la primera corrida del agregado grueso del analista A de la tabla XXXIV.

$$T = -\log(0,015)$$

$$T = 182\%$$

De igual forma se realizaron las conversiones de las absorbancias para cada corrida de cada tipo de agregado de cada analista de las tablas XXXV y XXXVI.

1.5 Cálculo de la determinación de SiO₂

$$S_c = 20 \times \frac{100}{V} \times C \quad \text{[Ecuación No. 16]}$$

Donde:

S_c = concentración de SiO₂ en el filtrado original (mmol/L)

V = volumen de solución diluida₂ utilizada (mL)

C = concentración de sílice en la solución medida en el espectrofotómetro (mmol/L)

Ejemplo: cálculo de la determinación de la concentración de SiO₂ en el filtrado original de la muestra 1 de agregado grueso del analista A de la tabla XXXIV.

$$S_c = 20 \times \frac{100}{10} \times 0,02$$

$$S_c = 4 \text{ mmol/L}$$

De la misma forma se determinaron las concentraciones de SiO₂ en el filtrado original de cada agregado para cada analista de las tablas XXXV y XXXVI.

1.6 Cálculo de la reducción en la alcalinidad

$$R_c = \left(\frac{20N}{V_1}\right)(V_3 - V_2) \times 1000 \quad [\text{Ecuación No. 17}]$$

Donde:

R_c = reducción en la alcalinidad (mmol/L)

N = concentración del HCl utilizado en la titulación (N)

V_1 = volumen de solución diluida₂ utilizada (mL)

V_2 = volumen de HCl utilizado para lograr el viraje de la fenolftaleína en la muestra de ensayo (mL)

V_3 = volumen de HCl utilizado para lograr el viraje de la fenolftaleína en la solución blanco (mL)

Ejemplo: cálculo de la reducción en la alcalinidad de la muestra 1 de agregado grueso del analista A de la tabla XXXVII.

$$R_c = \left(\frac{20 \times 0,049N}{10 \text{ mL}}\right)(18,35 \text{ mL} - 12,71 \text{ mL}) \times 1000$$

$$R_c = 55,27 \text{ mmol/L}$$

De la misma forma se calculó la reducción en la alcalinidad de las muestras de cada agregado de cada analista de las tablas XXXVIII y XXXIX.

1.7 Cálculo de la incertidumbre estándar de medición

$$u(x) = \frac{\Delta u}{\sqrt{3}}/f(x) \quad [\text{Ecuación No. 18}]$$

Donde:

$u(x)$ = incertidumbre estándar de la medición (adimensional)

Δu = incerteza del instrumento de medición

$f(x)$ = medición de los datos de entrada

Ejemplo: calcular la incertidumbre estándar de la pesada de 300 gramos de agregado grueso del analista A de la tabla XL.

$$u(\text{Muestra}) = \frac{\Delta 0,05}{\sqrt{3}} / 300,05$$

$$u(\text{Muestra}) = 0,000096 \text{ g}$$

De la misma forma se calculó la incertidumbre estándar de medición de todos los datos de entrada de las tablas XLI-CXI.

1.8 Cálculo de la incertidumbre combinada de medición

$$u(\text{Res}) = \text{Res} \times u(x) \quad [\text{Ecuación No. 19}]$$

Donde:

$u(\text{Res})$ = incertidumbre combinada de la medición

Res = resultado obtenido

$u(x)$ = incertidumbre estándar de la medición (adimensional)

Ejemplo: calcular la incertidumbre combinada de la concentración de SiO_2 del agregado grueso del analista A de la tabla XL.

$$u(S_c) = 4,00 \text{ mmol/L} \times 0,173134$$

$$u(S_c) = 0,69 \text{ mmol/L}$$

De la misma forma se calculó la incertidumbre combinada de la concentración de SiO_2 y la reducción en la alcalinidad de cada corrida y del promedio de los analistas A, B y C para cada agregado de las tablas XLI-CXI.

1.9 Cálculo de la incertidumbre expandida de medición

$$U(Res) = k \times u(Res) \quad \text{[Ecuación No. 20]}$$

Donde:

$U(Res)$ = incertidumbre expandida de la medición

k = factor de cobertura (adimensional)

$u(Res)$ = incertidumbre combinada de la medición

Ejemplo: calcular la incertidumbre combinada promedio de la concentración de SiO_2 del agregado grueso por método fotométrico de la tabla XXXVIII.

$$U(S_c) = 2 \times 0,71 \text{ mmol/L}$$

$$U(Res) = 1,42 \text{ mmol/L}$$

De la misma forma se calculó la incertidumbre expandida de la concentración promedio de SiO_2 y la reducción promedio en la alcalinidad de los analistas para cada agregado de las tablas XLI-CXI.

Tabla XX. **Nomenclatura utilizada para la abreviación de cada una de las fuentes de incertidumbre del registro USAC-CII-QUINDLAFIQ-RG-331, parte I**

Etapa	Abreviación	Significado de la fuente de incertidumbre
Preparación	Muestra	Masa de 300 gramos de agregado a tamizar
	Tamiz	Masa de agregado luego de tamizar
	Arena húmeda	Masa de agregado lavada
	To	Temperatura inicial de secado
	Arena seca	Masa de agregado seca
	Tf	Temperatura final de secado
	Tiempo	Tiempo de secado
Elaboración (I)	Masa	Masa de agregado para cada reactor
	NaOH	Volumen de NaOH 1,000 normal para cada reactor
	To 2	Temperatura inicial de reacción
	Tf 2	Temperatura final de reacción
	Tiempo 2	Tiempo de reacción
Elaboración (II)	T agua	Temperatura del agua de enfriamiento
	Tiempo 3	Tiempo de enfriamiento
	Presión	Presión de filtración
	Tiempo 4	Tiempo de filtración
	Alícuota 1	Volumen de la alícuota del filtrado
	Balón 1	Volumen de la dilución del filtrado
Sílice disuelta	Alícuota 2	Volumen de la alícuota de solución diluida
	M. amonio	Volumen de molibdato de amonio al 10%
	HCl	Volumen de HCl 1+1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXI. **Nomenclatura utilizada para la abreviación de cada una de las fuentes de incertidumbre del registro USAC-CII-QUINDLAFIQ-RG-331, parte II**

Etapas	Abreviación	Significado de la fuente de incertidumbre
Sílice disuelta	Tiempo 5	Primer tiempo de reposo
	A. Oxálico	Volumen de ácido oxálico al 10%
	Balón 2	Volumen de aforo
	Tiempo 6	Segundo tiempo de reposo
	C	Concentración de sílice disuelta
	Absorbancia	Absorbancia de la lectura
Reducción de alcalinidad	Alícuota 3	Volumen de la alícuota de solución diluida
	HCl 2	Volumen de HCl para la titulación
-	Sr	Repetibilidad

Fuente: elaboración propia.

2. Datos calculados

Tabla XXII. **Conversión del tiempo en la etapa de preparación para el agregado grueso**

Analista	To (°C)	Hora o (h)	Arena seca (g)	Tf (°C)	Hora f (h)
A	105	10,37	162,450	105	12,37
B	105	10,37	162,447	105	12,37
C	105	10,37	162,447	105	12,37

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIII. **Conversión del tiempo en la etapa de preparación para el agregado fino 1**

Analista	To (°C)	Hora o (h)	Arena seca (g)	Tf (°C)	Hora f (h)
A	105	10,37	92,95	105	12,37
B	105	10,37	92,95	105	12,37
C	105	10,37	92,95	105	12,37

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIV. **Conversión del tiempo en la etapa de preparación para el agregado fino 2**

Analista	To (°C)	Hora o (h)	Arena seca (g)	Tf (°C)	Hora f (h)
A	105	9,78	89,05	105	9,78
B	105	9,78	89,05	105	9,78
C	105	9,78	89,05	105	9,78

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXV. **Conversión del tiempo neto en la etapa de calentamiento para el agregado grueso**

Analista	Muestra	To (°C)	Hora o (h)	Tf (°C)	Hora f (h)	Δ Hora (h)
A	<i>Blanco</i>					
	1	80	10,33	80	10,33	24,00
	2					
	3					
B	<i>Blanco</i>					
	1	80	11,50	80	11,53	24,03
	2					
	3					
C	<i>Blanco</i>					
	1	80	10,55	80	10,55	24,00
	2					
	3					

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXVI. **Conversión del tiempo neto en la etapa de calentamiento para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	To (°C)	Hora o (h)	Tf (°C)	Hora f (h)	Δ Hora (h)
A	<i>Blanco</i>					
	1	80	9,92	80	9,92	24,00
	2					
	3					
B	<i>Blanco</i>					
	1	80	9,60	80	9,60	24,00
	2					
	3					
C	<i>Blanco</i>					
	1	80	10,75	80	10,75	24,00
	2					
	3					

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXVII. **Conversión del tiempo neto en la etapa de calentamiento para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	To (°C)	Hora o (h)	Tf (°C)	Hora f (h)	Δ Hora (h)
A	<i>Blanco</i>					
	1	80	8,25	80	8,25	24,00
	2					
	3					
B	<i>Blanco</i>					
	1	80	10,90	80	10,98	24,08
	2					
	3					
C	<i>Blanco</i>					
	1	80	12,50	80	12,50	24,00
	2					
	3					

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXVIII. **Conversión del tiempo neto en la etapa de enfriamiento para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Tagua (°C)	Hora o (h)	Hora f (h)	Δ Hora (h)
A	<i>Blanco</i>				
	1	23	10,33	10,63	0,30
	2				
	3				
B	<i>Blanco</i>				
	1	23	11,53	11,78	0,25
	2				
	3				
C	<i>Blanco</i>				
	1	23	10,88	11,22	0,33
	2				
	3				

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIX. **Conversión del tiempo neto en la etapa de enfriamiento para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Tagua (°C)	Hora o (h)	Hora f (h)	Δ Hora (h)
A	Blanco				
	1	23,00	9,92	10,17	0,25
	2				
	3				
B	Blanco				
	1	21,00	9,63	9,88	0,25
	2				
	3				
C	Blanco				
	1	24,00	10,75	11,00	0,25
	2				
	3				

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXX. **Conversión del tiempo neto en la etapa de enfriamiento para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Tagua (°C)	Hora o (h)	Hora f (h)	Δ Hora (h)
A	Blanco				
	1	24	8,25	8,50	0,25
	2				
	3				
B	Blanco				
	1	23	11,00	11,25	0,25
	2				
	3				
C	Blanco				
	1	23	12,50	12,75	0,25
	2				
	3				

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXI. **Conversión de la presión al SI y del tiempo en la etapa de filtración para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Presión (kPa)	Tiempo (h)
A	<i>Blanco</i>	50,00	0,031
	1	50,00	0,031
	2	50,00	0,031
	3	50,00	0,032
B	<i>Blanco</i>	51,00	0,019
	1	51,00	0,026
	2	51,00	0,036
	3	51,00	0,036
C	<i>Blanco</i>	50,00	0,013
	1	50,00	0,055
	2	50,00	0,051
	3	50,00	0,052

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXII. **Conversión de la presión al SI y del tiempo en la etapa de filtración para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Presión (kPa)	Tiempo (h)
A	<i>Blanco</i>	50	0,0319
	1	50	0,0328
	2	50	0,0333
	3	50	0,0333
B	<i>Blanco</i>	51	0,017
	1	51	0,050
	2	51	0,045
	3	51	0,043
C	<i>Blanco</i>	46	0,050
	1	50	0,053
	2	50	0,041
	3	50	0,043

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXIII. **Conversión de la presión al SI y del tiempo en la etapa de filtración para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Presión (kPa)	Tiempo (h)
A	<i>Blanco</i>	50	0,033
	1	50	0,033
	2	50	0,033
	3	50	0,033
B	<i>Blanco</i>	51	0,014
	1	51	0,052
	2	51	0,049
	3	51	0,053
C	<i>Blanco</i>	50	0,009
	1	50	0,009
	2	50	0,009
	3	50	0,009

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXIV. **Concentración de SiO₂ en la solución de NaOH filtrada del material del agregado grueso y transmitancia correspondiente a cada corrida**

Analista	Muestra	Concentración (mmol/L)	Transmitancia (%)	Sc (mmol/L)
A	<i>Blanco</i>	0,00	182%	0,00
	1	0,02	151%	4,00
	2	0,02	143%	4,00
	3	0,02	137%	4,00
B	<i>Blanco</i>	0,00	222%	0,00
	1	0,03	128%	6,00
	2	0,03	126%	6,00
	3	0,03	129%	6,00
C	<i>Blanco</i>	0,00	192%	0,00
	1	0,03	130%	6,00
	2	0,02	148%	4,00
	3	0,01	157%	2,00

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXV. **Concentración de SiO₂ en la solución de NaOH filtrada del material del agregado fino 1 y transmitancia correspondiente a cada corrida**

Analista	Muestra	Concentración (mmol/L)	Transmitancia (%)	Sc (mmol/L)
A	<i>Blanco</i>	0,00	192%	0,00
	1	0,10	83%	20,00
	2	0,11	80%	22,00
	3	0,10	84%	20,00
B	<i>Blanco</i>	0,01	160%	2,00
	1	0,09	86%	18,00
	2	0,10	84%	20,00
	3	0,12	74%	24,00
C	<i>Blanco</i>	0,00	240%	0,00
	1	0,09	86%	18,00
	2	0,09	84%	18,00
	3	0,09	85%	18,00

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXVI. **Concentración de SiO₂ en la solución de NaOH filtrada del material del agregado fino 2 y transmitancia correspondiente a cada corrida**

Analista	Muestra	Concentración (mmol/L)	Transmitancia (%)	Sc (mmol/L)
A	<i>Blanco</i>	0,00	222%	0,00
	1	0,11	79%	22,00
	2	0,10	82%	20,00
	3	0,11	79%	22,00
B	<i>Blanco</i>	0,00	210%	0,00
	1	0,14	69%	14,00
	2	0,12	73%	12,00
	3	0,18	59%	18,00
C	<i>Blanco</i>	0,00	122%	0,00
	1	0,14	68%	14,00
	2	0,14	68%	14,00
	3	0,13	70%	13,00

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXVII. **Reducción en la alcalinidad de la solución de NaOH filtrada del material del agregado grueso**

Analista	Muestra	Alícuotas (mL)	HCl (mL)	Rc (mmol/L)
A	Blanco	20	18,35	0,00
	1	20	12,71	55,27
	2	20	12,91	53,31
	3	20	12,71	55,27
B	Blanco	20	19,15	0,00
	1	20	14,20	45,54
	2	20	14,29	44,71
	3	20	14,05	46,92
C	Blanco	20	18,78	0,00
	1	20	14,08	43,24
	2	20	14,05	43,52
	3	20	14,03	43,70

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXVIII. **Reducción en la alcalinidad de la solución de NaOH filtrada del material del agregado fino 1**

Analista	Muestra	Alícuotas (mL)	HCl (mL)	Rc (mmol/L)
A	Blanco	20	18,18	0,00
	1	20	17,54	6,27
	2	20	17,34	8,23
	3	20	17,35	8,13
B	Blanco	20	9,58	0,00
	1	20	9,58	0,00
	2	20	9,47	1,01
	3	20	9,49	0,83
C	Blanco	20	18,47	0,00
	1	20	18,09	3,50
	2	20	17,99	4,42
	3	20	18,30	1,56

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXIX. **Reducción en la alcalinidad de la solución de NaOH filtrada del material del agregado fino 2**

Analista	Muestra	Alícuota ³ (mL)	HCl (mL)	Rc (mmol/L)
A	Blanco	20	18,97	0,00
	1	20	18,56	3,77
	2	20	18,53	4,05
	3	20	18,51	4,23
B	Blanco	20	19,82	0,00
	1	20	19,63	1,81
	2	20	19,61	2,00
	3	20	19,74	0,76
C	Blanco	20	19,09	0,00
	1	20	19,09	0,00
	2	20	19,16	-0,67
	3	20	19,16	-0,67

Fuente: elaboración propia.

Tabla XL. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la reducción de la muestra en la etapa de preparación para el agregado grueso**

Analista	Δ Muestra (300 g)	u(Muestra)	u(Muestra)/ Muestra	Δ Tamiz 150 μ m (g)	u(Tamiz)	u(Tamiz)/ Tamiz
A	0,05	0,0289	9,6209E-05	0,05	0,0289	0,0001
B	0,05	0,0289	9,6209E-05	0,05	0,0289	0,0003
C	0,05	0,0289	9,6209E-05	0,05	0,0289	0,0003

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLI. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la reducción de la muestra en la etapa de preparación para el agregado fino 1**

Analista	Δ Muestra (300 g)	u(Muestra)	u(Muestra)/Muestra	Δ Tamiz 150 μm (g)	u(Tamiz)	u(Tamiz)/Tamiz
A	0,05	0,0289	9,6209E-05	0,05	0,0289	0,0003
B	0,05	0,0289	9,6209E-05	0,05	0,0289	0,0003
C	0,05	0,0289	9,6209E-05	0,05	0,0289	0,0003

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLII. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la reducción de la muestra en la etapa de preparación para el agregado fino 2**

Analista	Δ Muestra (300 g)	u(Muestra)	u(Muestra)/Muestra	Δ Tamiz 150 μm (g)	u(Tamiz)	u(Tamiz)/Tamiz
A	0,05	0,029	9,6209E-05	0,05	0,029	0,0003
B	0,05	0,029	9,6209E-05	0,05	0,029	0,0003
C	0,05	0,029	9,6209E-05	0,05	0,029	0,0003

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLIII. **Cálculo de la incertidumbre estándar del lavado de la muestra en la etapa de preparación para el agregado grueso**

Analista	Δ Arena húmeda (g)	u(Arena húmeda)	u(Arena)/ Arena	Δ To (° C)	u(To)	u(To)/ To
A	0,05	0,0289	0,0001	0,5	0,2887	0,0027
B	0,05	0,0289	0,0001	0,5	0,2887	0,0027
C	0,05	0,0289	0,0001	0,5	0,2887	0,0027

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLIV. **Cálculo de la incertidumbre estándar del lavado de la muestra en la etapa de preparación para el agregado fino 1**

Analista	Δ Arena húmeda (g)	u(Arena húmeda)	u(Arena)/ Arena	Δ To (° C)	u(To)	u(To)/ To
A	0,05	0,0289	0,0003	0,5	0,2887	0,003
B	0,05	0,0289	0,0003	0,5	0,2887	0,003
C	0,05	0,0289	0,0003	0,5	0,2887	0,003

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLV. **Cálculo de la incertidumbre estándar del lavado de la muestra en la etapa de preparación para el agregado fino 2**

Analista	Δ Arena húmeda (g)	u(Arena húmeda)	u(Arena)/ Arena	Δ To (° C)	u(To)	u(To)/ To
A	0,05	0,0289	0,0003	0,5	0,2887	0,003
B	0,05	0,0289	0,0003	0,5	0,2887	0,003
C	0,05	0,0289	0,0003	0,5	0,2887	0,003

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLVI. **Cálculo de la incertidumbre estándar del secado de la muestra lavada en la etapa de preparación para el agregado grueso**

Analista	Δ Arena seca (h)	u(Arena seca)	u(Arena)/Arena	Δ Tf (° C)	u(Tf)	u(Tf)/Tf
A	0,05	0,0289	0,0002	0,5	0,2887	0,0027
B	0,05	0,0289	0,0002	0,5	0,2887	0,0027
C	0,05	0,0289	0,0002	0,5	0,2887	0,0027

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLVII. **Cálculo de la incertidumbre estándar del secado de la muestra lavada en la etapa de preparación para el agregado fino 1**

Analista	Δ Arena seca (h)	u(Arena seca)	u(Arena)/Arena	Δ Tf (° C)	u(Tf)	u(Tf)/Tf
A	0,05	0,02887	0,0003	0,5	0,2887	0,0027
B	0,05	0,02887	0,0003	0,5	0,2887	0,0027
C	0,05	0,02887	0,0003	0,5	0,2887	0,0027

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLVIII. **Cálculo de la incertidumbre estándar del secado de la muestra lavada en la etapa de preparación para el agregado fino 2**

Analista	Δ Arena seca (h)	u(Arena seca)	u(Arena)/Arena	Δ Tf (° C)	u(Tf)	u(Tf)/Tf
A	0,05	0,0289	0,0003	0,5	0,2887	0,0027
B	0,05	0,0289	0,0003	0,5	0,2887	0,0027
C	0,05	0,0289	0,0003	0,5	0,2887	0,0027

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLIX. **Cálculo de la incertidumbre estándar del total de secado de la muestra lavada en la etapa de preparación para el agregado grueso**

Analista	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	0,005	0,0029	0,0001
B	0,005	0,0029	0,0001
C	0,005	0,0029	0,0001

Fuente: elaboración propia.

Tabla L. **Cálculo de la incertidumbre estándar del tiempo de secado de la muestra lavada en la etapa de preparación para el agregado fino 1**

Analista	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	0,005	0,0029	0,0001
B	0,005	0,0029	0,0001
C	0,005	0,0029	0,0001

Fuente: elaboración propia.

Tabla LI. **Cálculo de la incertidumbre estándar del tiempo de secado de la muestra lavada en la etapa de preparación para el agregado fino 2**

Analista	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	0,005	0,0029	0,0001
B	0,005	0,0029	0,0001
C	0,005	0,0029	0,0001

Fuente: elaboración propia.

Tabla LII.

Cálculo de la incertidumbre estándar de las proporciones de la muestra seca en la etapa de elaboración para el agregado grueso

Analista	Muestra	Δ Masa (g)	u(Masa)	u(Masa)/Masa
A	<i>Blanco</i>	0,001	0,000000	0,000000
	1	0,001	0,000408	0,000016
	2	0,001	0,000408	0,000016
	3	0,001	0,000408	0,000016
B	<i>Blanco</i>	0,001	0,000000	0,000000
	1	0,001	0,000408	0,000016
	2	0,001	0,000408	0,000016
	3	0,001	0,000408	0,000016
C	<i>Blanco</i>	0,001	0,000000	0,000000
	1	0,001	0,000408	0,000016
	2	0,001	0,000408	0,000016
	3	0,001	0,000408	0,000016

Fuente: elaboración propia.

Tabla LIII.

Cálculo de la incertidumbre estándar de las proporciones de la muestra seca en la etapa de elaboración para el agregado fino 1

Analista	Muestra	Δ Masa (g)	u(Masa)	u(Masa)/Masa
A	<i>Blanco</i>	0,001	0,000000	0,000000
	1	0,001	0,000408	0,000016
	2	0,001	0,000408	0,000016
	3	0,001	0,000408	0,000016
B	<i>Blanco</i>	0,001	0,000000	0,000000
	1	0,001	0,000408	0,000016
	2	0,001	0,000408	0,000016
	3	0,001	0,000408	0,000016
C	<i>Blanco</i>	0,001	0,000000	0,000000
	1	0,001	0,000408	0,000016
	2	0,001	0,000408	0,000016
	3	0,001	0,000408	0,000016

Fuente: elaboración propia.

Tabla LIV.

Cálculo de la incertidumbre estándar de las proporciones de la muestra seca en la etapa de elaboración para el agregado fino 2

Analista	Muestra	Δ Masa (g)	u(Masa)	u(Masa)/Masa
A	<i>Blanco</i>	0,001	0,000000	0,000000
	1	0,001	0,000408	0,000016
	2	0,001	0,000408	0,000016
	3	0,001	0,000408	0,000016
B	<i>Blanco</i>	0,001	0,000000	0,000000
	1	0,001	0,000408	0,000016
	2	0,001	0,000408	0,000016
	3	0,001	0,000408	0,000016
C	<i>Blanco</i>	0,001	0,000000	0,000000
	1	0,001	0,000408	0,000016
	2	0,001	0,000408	0,000016
	3	0,001	0,000408	0,000016

Fuente: elaboración propia.

Tabla LV. **Cálculo de la incertidumbre estándar de solución de NaOH agregada a cada reactor en la etapa de elaboración para el agregado grueso**

Analista	Muestra	ΔNaOH (mL)	$u(\text{NaOH})$	$u(\text{NaOH})/\text{NaOH}$
A	<i>Blanco</i>	0,03	0,0173	0,0007
	1	0,03	0,0173	0,0007
	2	0,03	0,0173	0,0007
	3	0,03	0,0173	0,0007
B	<i>Blanco</i>	0,03	0,0173	0,0007
	1	0,03	0,0173	0,0007
	2	0,03	0,0173	0,0007
	3	0,03	0,0173	0,0007
C	<i>Blanco</i>	0,03	0,0173	0,0007
	1	0,03	0,0173	0,0007
	2	0,03	0,0173	0,0007
	3	0,03	0,0173	0,0007

Fuente: elaboración propia.

Tabla LVI. **Cálculo de la incertidumbre estándar de solución de NaOH agregada a cada reactor en la etapa de elaboración para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	ΔNaOH (mL)	$u(\text{NaOH})$	$u(\text{NaOH})/\text{NaOH}$
A	Blanco	0,03	0,017321	0,000693
	1	0,03	0,017321	0,000693
	2	0,03	0,017321	0,000693
	3	0,03	0,017321	0,000693
B	Blanco	0,03	0,017321	0,000693
	1	0,03	0,017321	0,000693
	2	0,03	0,017321	0,000693
	3	0,03	0,017321	0,000693
C	Blanco	0,03	0,017321	0,000693
	1	0,03	0,017321	0,000693
	2	0,03	0,017321	0,000693
	3	0,03	0,017321	0,000693

Fuente: elaboración propia.

Tabla LVII. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la solución de NaOH agregada a cada reactor en la etapa de elaboración para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	ΔNaOH (mL)	$u(\text{NaOH})$	$u(\text{NaOH})/\text{NaOH}$
A	Blanco	0,03	0,017321	0,000693
	1	0,03	0,017321	0,000693
	2	0,03	0,017321	0,000693
	3	0,03	0,017321	0,000693
B	Blanco	0,03	0,017321	0,000693
	1	0,03	0,017321	0,000693
	2	0,03	0,017321	0,000693
	3	0,03	0,017321	0,000693
C	Blanco	0,03	0,017321	0,000693
	1	0,03	0,017321	0,000693
	2	0,03	0,017321	0,000693
	3	0,03	0,017321	0,000693

Fuente: elaboración propia.

Tabla LVIII. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la temperatura de calentamiento en la etapa de elaboración para el agregado grueso**

Analista	ΔT_o (° C)	$u(T_o)$	$u(T_o)/T_o$	ΔT_f (° C)	$u(T_f)$	$u(T_f)/T_f$
A	0,5	0,2887	0,0036	0,5	0,2887	0,0036
B	0,5	0,2887	0,0036	0,5	0,2887	0,0036
C	0,5	0,2887	0,0036	0,5	0,2887	0,0036

Fuente: elaboración propia.

Tabla LIX. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la temperatura de calentamiento en la etapa de elaboración para el agregado fino 1**

Analista	ΔT_o (° C)	$u(T_o)$	$u(T_o)/T_o$	ΔT_f (° C)	$u(T_f)$	$u(T_f)/T_f$
A	0,5	0,2887	0,0036	0,5	0,2887	0,0036
B	0,5	0,2887	0,0036	0,5	0,2887	0,0036
C	0,5	0,2887	0,0036	0,5	0,2887	0,0036

Fuente: elaboración propia.

Tabla LX. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la temperatura de calentamiento en la etapa de elaboración para el agregado fino 2**

Analista	ΔT_o (° C)	$u(T_o)$	$u(T_o)/T_o$	ΔT_f (° C)	$u(T_f)$	$u(T_f)/T_f$
A	0,5	0,2887	0,0036	0,5	0,2887	0,0036
B	0,5	0,2887	0,0036	0,5	0,2887	0,0036
C	0,5	0,2887	0,0036	0,5	0,2887	0,0036

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXI. **Cálculo de la incertidumbre estándar del tiempo de calentamiento en la etapa de elaboración para el agregado grueso**

Analista	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	0,005	0,0029	0,0001
B	0,005	0,0029	0,0001
C	0,005	0,0029	0,0001

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXII. **Cálculo de la incertidumbre estándar del tiempo de calentamiento en la etapa de elaboración para el agregado fino 1**

Analista	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	0,005	0,0029	0,0001
B	0,005	0,0029	0,0001
C	0,005	0,0029	0,0001

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXIII. **Cálculo de la incertidumbre estándar del tiempo de calentamiento en la etapa de elaboración para el agregado fino 2**

Analista	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	0,005	0,0029	0,0001
B	0,005	0,0029	0,0001
C	0,005	0,0029	0,0001

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXIV. **Cálculo de la incertidumbre estándar del enfriamiento en la etapa de elaboración para el agregado grueso**

Analista	Δ Tagua ($^{\circ}$ C)	u(Tagua)	u(Tagua)/Tagua	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	0,5	0,2887	0,0126	0,005	0,0029	0,0096
B	0,5	0,2887	0,0126	0,005	0,0029	0,0115
C	0,5	0,2887	0,0126	0,005	0,0029	0,0087

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXV. **Cálculo de la incertidumbre estándar del enfriamiento en la etapa de elaboración para el agregado fino 1**

Analista	Δ Tagua ($^{\circ}$ C)	u(Tagua)	u(Tagua)/Tagua	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	0,5	0,2887	0,0126	0,005	0,0029	0,0115
B	0,5	0,2887	0,0137	0,005	0,0029	0,0115
C	0,5	0,2887	0,0120	0,005	0,0029	0,0115

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXVI. **Cálculo de la incertidumbre estándar del enfriamiento en la etapa de elaboración para el agregado fino 2**

Analista	Δ Tagua (° C)	u(Tagua)	u(Tagua)/Tagua	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	0,5	0,2887	0,0120	0,005	0,0029	0,0115
B	0,5	0,2887	0,0126	0,005	0,0029	0,0115
C	0,5	0,2887	0,0126	0,005	0,0029	0,0115

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXVII. **Cálculo de la incertidumbre estándar del filtrado en la etapa de filtración para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Presión (kPa)	u(Presión)	u(Presión)/Presión	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	Blanco	1,00	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0945
	1	1,00	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0920
	2	1,00	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0936
	3	1,00	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0896
B	Blanco	1,00	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,1551
	1	1,00	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,1551
	2	1,00	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,1551
	3	1,00	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,1551
C	Blanco	1,00	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,2309
	1	1,00	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,2309
	2	1,00	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,2309
	3	1,00	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,2309

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXVIII. **Cálculo de la incertidumbre estándar del filtrado en la etapa de filtración para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ Presión (kPa)	u(Presión)	u(Presión)/Presión	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	Blanco	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0904
	1	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0881
	2	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0866
	3	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0866
B	Blanco	1	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,1704
	1	1	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,0581
	2	1	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,0638
	3	1	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,0679
C	Blanco	1	0,5774	0,0126	0,005	0,0029	0,0577
	1	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0577
	2	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0577
	3	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0577

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXIX. **Cálculo de la incertidumbre estándar del filtrado en la etapa de filtración para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ Presión (kPa)	u(Presión)	u(Presión)/Presión	Δ Tiempo (h)	u(Tiempo)	u(Tiempo)/Tiempo
A	Blanco	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0866
	1	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0866
	2	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0866
	3	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0866
B	Blanco	1	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,2078
	1	1	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,0553
	2	1	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,0594
	3	1	0,5774	0,0113	0,005	0,0029	0,0550
C	Blanco	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,3149
	1	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0571
	2	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0693
	3	1	0,5774	0,0115	0,005	0,0029	0,0577

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXX. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la alícuota del filtrado en la etapa de filtración para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Alícuota1 (mL)	u(Volumen Alícuota1)	u-Volumen- Temperatura	u(Alícuota1)	u(Alícuota1)/ Alícuota1
A	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
B	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
C	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXI. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la alícuota del filtrado en la etapa de filtración para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ Alícuota1 (mL)	u(Volumen Alícuota1)	u-Volumen- Temperatura	u(Alícuota1)	u(Alícuota1)/ Alícuota1
A	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
B	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
C	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXII. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la alícuota del filtrado en la etapa de filtración para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ Alícuota1 (mL)	u(Volumen Alícuota1)	u-Volumen- Temperatura	u(Alícuota1)	u(Alícuota1)/ Alícuota1
A	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
B	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
C	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXIII. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la dilución en la etapa de filtración para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Balón 1 (mL)	u(Balón 1)	u(Balón 1)/ Balón 1
A	Blanco	0,1	0,0577	0,0003
	1	0,1	0,0577	0,0003
	2	0,1	0,0577	0,0003
	3	0,1	0,0577	0,0003
B	Blanco	0,1	0,0577	0,0003
	1	0,1	0,0577	0,0003
	2	0,1	0,0577	0,0003
	3	0,1	0,0577	0,0003
C	Blanco	0,1	0,0577	0,0003
	1	0,1	0,0577	0,0003
	2	0,1	0,0577	0,0003
	3	0,1	0,0577	0,0003

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXIV. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la dilución en la etapa de filtración para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ Balón 1 (mL)	u(Balón 1)	u(Balón 1)/Balón 1
A	Blanco	0,1	0,0577	0,0003
	1	0,1	0,0577	0,0003
	2	0,1	0,0577	0,0003
	3	0,1	0,0577	0,0003
B	Blanco	0,1	0,0577	0,0003
	1	0,1	0,0577	0,0003
	2	0,1	0,0577	0,0003
	3	0,1	0,0577	0,0003
C	Blanco	0,1	0,0577	0,0003
	1	0,1	0,0577	0,0003
	2	0,1	0,0577	0,0003
	3	0,1	0,0577	0,0003

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXV. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la dilución en la etapa de filtración para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ Balón ₁ (mL)	u(Balón ₁)	u(Balón ₁)/Balón ₁
A	Blanco	0,1	0,0577	0,0003
	1	0,1	0,0577	0,0003
	2	0,1	0,0577	0,0003
	3	0,1	0,0577	0,0003
B	Blanco	0,1	0,0577	0,0003
	1	0,1	0,0577	0,0003
	2	0,1	0,0577	0,0003
	3	0,1	0,0577	0,0003
C	Blanco	0,1	0,0577	0,0003
	1	0,1	0,0577	0,0003
	2	0,1	0,0577	0,0003
	3	0,1	0,0577	0,0003

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXVI. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la alícuota de solución diluida en la determinación de sílice disuelto para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Alícuota ₂ (mL)	u(Volumen Alícuota ₂)	u-Volumen- Temperatura	u(Alícuota ₂)	u(Alícuota ₂)/ Alícuota ₂
A	<i>Blanco</i>	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
B	<i>Blanco</i>	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
C	<i>Blanco</i>	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXVII. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la alícuota de solución diluida en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ Alícuota ₂ (mL)	u(Volumen Alícuota ₂)	u-Volumen- Temperatura	u(Alícuota ₂)	u(Alícuota ₂)/ Alícuota ₂
A	<i>Blanco</i>	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
B	<i>Blanco</i>	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
C	<i>Blanco</i>	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXVIII. **Cálculo de la incertidumbre estándar de la alícuota de solución diluida en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ Alícuota ₂ (mL)	u(Volumen Alícuota ₂)	u-Volumen- Temperatura	u(Alícuota ₂)	u(Alícuota ₂)/ Alícuota ₂
A	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
B	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
C	Blanco	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	1	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	2	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012
	3	0,02	0,0115	0,0024	0,0118	0,0012

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXIX. **Cálculo de u(x) del molibdato de amonio en la determinación de sílice disuelto para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ M. amonio (mL)	u(M. amonio)	u-Volumen-Temperatura	u(M. amonio)	u(M. amonio)/ M. amonio
A	Blanco	0,01	0,0005	0,0005	0,0058	0,0029
	1	0,01	0,0005	0,0005	0,0058	0,0029
	2	0,01	0,0005	0,0005	0,0058	0,0029
	3	0,01	0,0005	0,0005	0,0058	0,0029
B	Blanco	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	1	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	2	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	3	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
C	Blanco	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	1	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	2	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	3	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXX. **Cálculo de u(x) del molibdato de amonio en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ M. amonio (mL)	u(M. amonio)	u-Volumen-Temperatura	u(M. amonio)	u(M. amonio)/ M. amonio
A	Blanco	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	1	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	2	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	3	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
B	Blanco	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	1	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	2	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	3	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
C	Blanco	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	1	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	2	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	3	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXI. **Cálculo de u(x) del molibdato de amonio en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ M. amonio (mL)	u(M. amonio)	u-Volumen-Temperatura	u(M. amonio)	u(M. amonio)/ M. amonio
A	Blanco	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	1	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	2	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	3	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
B	Blanco	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	1	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	2	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	3	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
C	Blanco	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	1	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	2	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029
	3	0,01	0,0058	0,0005	0,0058	0,0029

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXII. **Cálculo de u(x) del HCl en la determinación de sílice disuelto para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ HCl (mL)	u(HCl)	u-Volumen-Temperatura	u(HCl)	u(HCl)/ HCl
A	Blanco	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	1	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	2	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	3	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
B	Blanco	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	1	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	2	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	3	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
C	Blanco	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	1	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	2	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	3	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXIII. **Cálculo de $u(x)$ del HCl en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ HCl (mL)	$u(\text{HCl})$	$u\text{-Volumen-Temperatura}$	$u(\text{HCl})$	$u(\text{HCl})/\text{HCl}$
A	Blanco	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
	1	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
	2	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
	3	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
B	Blanco	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
	1	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
	2	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
	3	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
C	Blanco	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
	1	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
	2	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035
	3	0,006	0,0035	0,0004	0,0035	0,0035

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXIV. **Cálculo de $u(x)$ del HCl en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ HCl (mL)	$u(\text{HCl})$	$u\text{-Volumen-Temperatura}$	$u(\text{HCl})$	$u(\text{HCl})/\text{HCl}$
A	Blanco	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	1	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	2	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	3	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
B	Blanco	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	1	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	2	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	3	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
C	Blanco	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	1	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	2	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035
	3	0,006	0,0035	0,0002	0,0035	0,0035

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXV. **Cálculo de $u(x)$ del primer tiempo de reposo en la determinación de sílice disuelto para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Tiempo (h)	$u(\text{Tiempo})$	$u(\text{Tiempo})/\text{Tiempo}$
A	<i>Blanco</i>	0,005	0,0029	0,0115
	1	0,005	0,0029	0,0115
	2	0,005	0,0029	0,0115
	3	0,005	0,0029	0,0115
B	<i>Blanco</i>	0,005	0,0029	0,0115
	1	0,005	0,0029	0,0115
	2	0,005	0,0029	0,0115
	3	0,005	0,0029	0,0115
C	<i>Blanco</i>	0,005	0,0029	0,0115
	1	0,005	0,0029	0,0115
	2	0,005	0,0029	0,0115
	3	0,005	0,0029	0,0115

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXVI. **Cálculo de $u(x)$ del primer tiempo de reposo en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ Tiempo (h)	$u(\text{Tiempo})$	$u(\text{Tiempo})/\text{Tiempo}$
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0115
	1	0,005	0,0029	0,0115
	2	0,005	0,0029	0,0115
	3	0,005	0,0029	0,0115
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0115
	1	0,005	0,0029	0,0115
	2	0,005	0,0029	0,0115
	3	0,005	0,0029	0,0115
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0115
	1	0,005	0,0029	0,0115
	2	0,005	0,0029	0,0115
	3	0,005	0,0029	0,0115

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXVII. **Cálculo de $u(x)$ del primer tiempo de reposo en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ Tiempo (h)	$u(\text{Tiempo})$	$u(\text{Tiempo})/\text{Tiempo}$
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0115
	1	0,005	0,0029	0,0115
	2	0,005	0,0029	0,0115
	3	0,005	0,0029	0,0115
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0115
	1	0,005	0,0029	0,0115
	2	0,005	0,0029	0,0115
	3	0,005	0,0029	0,0115
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0115
	1	0,005	0,0029	0,0115
	2	0,005	0,0029	0,0115
	3	0,005	0,0029	0,0115

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXVIII. **Cálculo de $u(x)$ del ácido oxálico en la determinación de sílice disuelto para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ A. oxálico (mL)	$u(A.$ oxálico)	u -Volumen-Temperatura	$u(A.$ oxálico)	$u(A.$ oxálico)/ A. oxálico
A	Blanco	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
	1	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
	2	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
	3	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
B	Blanco	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
	1	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
	2	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
	3	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
C	Blanco	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
	1	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
	2	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039
	3	0,01	0,0058	0,0004	0,0058	0,0039

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXIX. **Cálculo de $u(x)$ del ácido oxálico en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ A. oxálico (mL)	$u(A.$ oxálico)	u -Volumen-Temperatura	$u(A.$ oxálico)	$u(A.$ oxálico)/ A. oxálico
A	Blanco	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	1	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	2	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	3	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
B	Blanco	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	1	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	2	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	3	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
C	Blanco	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	1	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	2	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	3	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039

Fuente: elaboración propia.

Tabla XC. **Cálculo de $u(x)$ del ácido oxálico en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ A. oxálico (mL)	u (A. oxálico)	u -Volumen-Temperatura	u (A. oxálico)	u (A. oxálico)/A. oxálico
A	Blanco	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	1	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	2	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	3	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
B	Blanco	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	1	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	2	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	3	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
C	Blanco	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	1	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	2	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039
	3	0,01	0,0058	0,0006	0,0058	0,0039

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCI. **Cálculo de $u(x)$ de la dilución en la etapa de determinación de sílice disuelto para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Balón ₂ (mL)	u (Balón ₂)	u (Balón ₂)/Balón ₂
A	Blanco	0,1	0,0577	0,0006
	1	0,1	0,0577	0,0006
	2	0,1	0,0577	0,0006
	3	0,1	0,0577	0,0006
B	Blanco	0,1	0,0577	0,0006
	1	0,1	0,0577	0,0006
	2	0,1	0,0577	0,0006
	3	0,1	0,0577	0,0006
C	Blanco	0,1	0,0577	0,0006
	1	0,1	0,0577	0,0006
	2	0,1	0,0577	0,0006
	3	0,1	0,0577	0,0006

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCII. **Cálculo de $u(x)$ de la dilución en la etapa de determinación de sílice disuelto para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ Balón ₂ (mL)	$u(\text{Balón}_2)$	$u(\text{Balón}_2)/\text{Balón}_2$
A	Blanco	0,1	0,0577	0,0006
	1	0,1	0,0577	0,0006
	2	0,1	0,0577	0,0006
	3	0,1	0,0577	0,0006
B	Blanco	0,1	0,0577	0,0006
	1	0,1	0,0577	0,0006
	2	0,1	0,0577	0,0006
	3	0,1	0,0577	0,0006
C	Blanco	0,1	0,0577	0,0006
	1	0,1	0,0577	0,0006
	2	0,1	0,0577	0,0006
	3	0,1	0,0577	0,0006

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCIII. **Cálculo de $u(x)$ de la dilución en la etapa de determinación de sílice disuelto para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ Balón ₂ (mL)	$u(\text{Balón}_2)$	$u(\text{Balón}_2)/\text{Balón}_2$
A	Blanco	0,1	0,0577	0,0006
	1	0,1	0,0577	0,0006
	2	0,1	0,0577	0,0006
	3	0,1	0,0577	0,0006
B	Blanco	0,1	0,0577	0,0006
	1	0,1	0,0577	0,0006
	2	0,1	0,0577	0,0006
	3	0,1	0,0577	0,0006
C	Blanco	0,1	0,0577	0,0006
	1	0,1	0,0577	0,0006
	2	0,1	0,0577	0,0006
	3	0,1	0,0577	0,0006

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCIV. **Cálculo de $u(x)$ del segundo tiempo de reposo en la determinación de sílice disuelto para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Tiempo (h)	$u(\text{Tiempo})$	$u(\text{Tiempo})/\text{Tiempo}$
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0006
	1	0,005	0,0029	0,0006
	2	0,005	0,0029	0,0006
	3	0,005	0,0029	0,0006
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0006
	1	0,005	0,0029	0,0006
	2	0,005	0,0029	0,0006
	3	0,005	0,0029	0,0006
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0006
	1	0,005	0,0029	0,0006
	2	0,005	0,0029	0,0006
	3	0,005	0,0029	0,0006

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCV. **Cálculo de $u(x)$ del segundo tiempo de reposo en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ Tiempo (h)	$u(\text{Tiempo})$	$u(\text{Tiempo})/\text{Tiempo}$
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0006
	1	0,005	0,0029	0,0006
	2	0,005	0,0029	0,0006
	3	0,005	0,0029	0,0006
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0006
	1	0,005	0,0029	0,0006
	2	0,005	0,0029	0,0006
	3	0,005	0,0029	0,0006
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0006
	1	0,005	0,0029	0,0006
	2	0,005	0,0029	0,0006
	3	0,005	0,0029	0,0006

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCVI. **Cálculo de $u(x)$ del segundo tiempo de reposo en la determinación de sílice disuelto para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ Tiempo (h)	$u(\text{Tiempo})$	$u(\text{Tiempo})/\text{Tiempo}$
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0006
	1	0,005	0,0029	0,0006
	2	0,005	0,0029	0,0006
	3	0,005	0,0029	0,0006
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0006
	1	0,005	0,0029	0,0006
	2	0,005	0,0029	0,0006
	3	0,005	0,0029	0,0006
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0006
	1	0,005	0,0029	0,0006
	2	0,005	0,0029	0,0006
	3	0,005	0,0029	0,0006

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCVII. **Cálculo de $u(x)$ de la concentración de sílice disuelto para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Concentración (mM/L)	u (Concentración)	$u(\text{Concentración})/\text{Concentración}$
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0000
	1	0,005	0,0029	0,1443
	2	0,005	0,0029	0,1443
	3	0,005	0,0029	0,1443
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0000
	1	0,005	0,0029	0,0962
	2	0,005	0,0029	0,0962
	3	0,005	0,0029	0,0962
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0000
	1	0,005	0,0029	0,0962
	2	0,005	0,0029	0,1443
	3	0,005	0,0029	0,2887

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCVIII. **Cálculo de $u(x)$ de la concentración de sílice disuelto para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ Concentración (mM/L)	u (Concentración)	$u(\text{Concentración})/$ (Concentración)
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0000
	1	0,005	0,0029	0,0289
	2	0,005	0,0029	0,0262
	3	0,005	0,0029	0,0289
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0000
	1	0,005	0,0029	0,0289
	2	0,005	0,0029	0,0262
	3	0,005	0,0029	0,0289
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0000
	1	0,005	0,0029	0,0321
	2	0,005	0,0029	0,0321
	3	0,005	0,0029	0,0321

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCIX. **Cálculo de $u(x)$ de la concentración de sílice disuelto para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ Concentración (mM/L)	u (Concentración)	$u(\text{Concentración})/$ (Concentración)
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0000
	1	0,005	0,0029	0,0262
	2	0,005	0,0029	0,0289
	3	0,005	0,0029	0,0262
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0000
	1	0,005	0,0029	0,0206
	2	0,005	0,0029	0,0241
	3	0,005	0,0029	0,0160
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0000
	1	0,005	0,0029	0,0206
	2	0,005	0,0029	0,0206
	3	0,005	0,0029	0,0222

Fuente: elaboración propia.

Tabla C. **Cálculo de $u(x)$ de la absorbancia en la etapa de sílice disuelto para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Absorbancia [A]	$u(\text{Absorbancia})$	$u(\text{Absorbancia}) / \text{Absorbancia}$
A	Blanco	0,0005	0,0003	0,0192
	1	0,0005	0,0003	0,0093
	2	0,0005	0,0003	0,0078
	3	0,0005	0,0003	0,0067
B	Blanco	0,0005	0,0003	0,0481
	1	0,0005	0,0003	0,0056
	2	0,0005	0,0003	0,0052
	3	0,0005	0,0003	0,0057
C	Blanco	0,0005	0,0003	0,0241
	1	0,0005	0,0003	0,0058
	2	0,0005	0,0003	0,0087
	3	0,0005	0,0003	0,0107

Fuente: elaboración propia.

Tabla Cl. **Cálculo de $u(x)$ de la absorbancia en la etapa de sílice disuelto para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ Absorbancia [A]	$u(\text{Absorbancia})$	$u(\text{Absorbancia}) / \text{Absorbancia}$
A	Blanco	0,0005	0,0003	0,0241
	1	0,0005	0,0003	0,0020
	2	0,0005	0,0003	0,0018
	3	0,0005	0,0003	0,0020
B	Blanco	0,0005	0,0003	0,0115
	1	0,0005	0,0003	0,0021
	2	0,0005	0,0003	0,0020
	3	0,0005	0,0003	0,0016
C	Blanco	0,0005	0,0003	0,0722
	1	0,0005	0,0003	0,0021
	2	0,0005	0,0003	0,0020
	3	0,0005	0,0003	0,0020

Fuente: elaboración propia.

Tabla CII. **Cálculo de u(x) de la absorbancia en la etapa de sílice disuelto para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ Absorbancia [A]	u(Absorbancia)	u(Absorbancia)/Absorbancia
A	Blanco	0,0005	0,0003	0,0481
	1	0,0005	0,0003	0,0018
	2	0,0005	0,0003	0,0019
	3	0,0005	0,0003	0,0018
B	Blanco	0,0005	0,0003	0,0361
	1	0,0005	0,0003	0,0014
	2	0,0005	0,0003	0,0016
	3	0,0005	0,0003	0,0011
C	Blanco	0,0005	0,0003	0,0048
	1	0,0005	0,0003	0,0014
	2	0,0005	0,0003	0,0014
	3	0,0005	0,0003	0,0014

Fuente: elaboración propia.

Tabla CIII. **Cálculo de u(x) de la alícuota en la determinación de reducción de alcalinidad para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Alícuota ₃ (mL)	u(Volumen Alícuota ₃)	u-Volumen-Temperatura	u(Alícuota ₃)	u(Alícuota ₃)/Alícuota ₃
A	Blanco	0,03	0,0173	0,0000	0,0173	0,0009
	1	0,03	0,0173	0,0000	0,0173	0,0009
	2	0,03	0,0173	0,0000	0,0173	0,0009
	3	0,03	0,0173	0,0000	0,0173	0,0009
B	Blanco	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	1	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	2	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	3	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
C	Blanco	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	1	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	2	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	3	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009

Fuente: elaboración propia.

Tabla CIV. **Cálculo de $u(x)$ de la alícuota en la determinación de reducción de alcalinidad para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ Alícuota ₃ (mL)	$u(\text{Volumen Alícuota}_3)$	$u\text{-Volumen-Temperatura}$	$u(\text{Alícuota}_3)$	$u(\text{Alícuota}_3)/\text{Alícuota}_3$
A	Blanco	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	1	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	2	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	3	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
B	Blanco	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	1	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	2	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	3	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
C	Blanco	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0029
	1	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0029
	2	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0029
	3	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0029

Fuente: elaboración propia.

Tabla CV. **Cálculo de $u(x)$ de la alícuota en la determinación de reducción de alcalinidad para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ Alícuota ₃ (mL)	$u(\text{Volumen Alícuota}_3)$	$u\text{-Volumen-Temperatura}$	$u(\text{Alícuota}_3)$	$u(\text{Alícuota}_3)/\text{Alícuota}_3$
A	Blanco	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	1	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	2	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	3	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
B	Blanco	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	1	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	2	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	3	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
C	Blanco	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	1	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	2	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009
	3	0,03	0,0173	0,0048	0,0180	0,0009

Fuente: elaboración propia.

Tabla CVI. **Cálculo de $u(x)$ de HCl utilizado en la determinación de reducción de alcalinidad para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ HCl (mL)	$u(\text{HCl})$	$u\text{-Volumen-Temperatura}$	$u(\text{HCl})$	$u(\text{HCl})/\text{HCl}$
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0044	0,0053	0,0003
	1	0,005	0,0029	0,0031	0,0042	0,0003
	2	0,005	0,0029	0,0031	0,0043	0,0003
	3	0,005	0,0029	0,0031	0,0042	0,0003
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0046	0,0055	0,0003
	1	0,005	0,0029	0,0034	0,0045	0,0003
	2	0,005	0,0029	0,0035	0,0045	0,0003
	3	0,005	0,0029	0,0034	0,0045	0,0003
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0046	0,0054	0,0003
	1	0,005	0,0029	0,0034	0,0045	0,0003
	2	0,005	0,0029	0,0034	0,0045	0,0003
	3	0,005	0,0029	0,0034	0,0045	0,0003

Fuente: elaboración propia.

Tabla CVII. **Cálculo de $u(x)$ de HCl utilizado en la determinación de reducción de alcalinidad para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	Δ HCl (mL)	$u(\text{HCl})$	$u\text{-Volumen-Temperatura}$	$u(\text{HCl})$	$u(\text{HCl})/\text{HCl}$
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0044	0,0053	0,0003
	1	0,005	0,0029	0,0043	0,0051	0,0003
	2	0,005	0,0029	0,0042	0,0051	0,0003
	3	0,005	0,0029	0,0042	0,0051	0,0003
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0023	0,0037	0,0004
	1	0,005	0,0029	0,0023	0,0037	0,0004
	2	0,005	0,0029	0,0023	0,0037	0,0004
	3	0,005	0,0029	0,0023	0,0037	0,0004
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0045	0,0053	0,0003
	1	0,005	0,0029	0,0044	0,0053	0,0003
	2	0,005	0,0029	0,0044	0,0052	0,0003
	3	0,005	0,0029	0,0044	0,0053	0,0003

Fuente: elaboración propia.

Tabla CVIII. **Cálculo de $u(x)$ de HCl utilizado en la determinación de reducción de alcalinidad para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	Δ HCl (mL)	$u(\text{HCl})$	u -Volumen-Temperatura	$u(\text{HCl})$	$u(\text{HCl})/\text{HCl}$
A	Blanco	0,005	0,0029	0,0046	0,0054	0,0003
	1	0,005	0,0029	0,0045	0,0053	0,0003
	2	0,005	0,0029	0,0045	0,0053	0,0003
	3	0,005	0,0029	0,0045	0,0053	0,0003
B	Blanco	0,005	0,0029	0,0048	0,0056	0,0003
	1	0,005	0,0029	0,0048	0,0056	0,0003
	2	0,005	0,0029	0,0048	0,0056	0,0003
	3	0,005	0,0029	0,0048	0,0056	0,0003
C	Blanco	0,005	0,0029	0,0046	0,0055	0,0003
	1	0,005	0,0029	0,0046	0,0055	0,0003
	2	0,005	0,0029	0,0046	0,0055	0,0003
	3	0,005	0,0029	0,0046	0,0055	0,0003

Fuente: elaboración propia.

Tabla CIX. **Cálculo de $u(x)$ y $u(\text{Res})$ de sílice disuelto y reducción de alcalinidad para el agregado grueso**

Analista	Muestra	Δ Sc (mmol/L)	Δ Rc (mmol/L)	$u(\text{Sc})$	$u(\text{Rc})$
A	Blanco	0,10	0,10	0,00	0,00
	1	0,17	0,09	0,69	5,21
	2	0,17	0,10	0,70	5,11
	3	0,17	0,09	0,69	5,08
B	Blanco	0,16	0,16	0,00	0,00
	1	0,15	0,11	0,90	5,18
	2	0,13	0,08	0,77	3,76
	3	0,13	0,08	0,77	3,94
C	Blanco	0,23	0,23	0,00	0,00
	1	0,11	0,06	0,67	2,43
	2	0,16	0,06	0,63	2,62
	3	0,30	0,06	0,59	2,57

Fuente: elaboración propia.

Tabla CX. **Cálculo de u(x) y u(Res) de sílice disuelto y reducción de alcalinidad para el agregado fino 1**

Analista	Muestra	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)	u(Sc)	u(Rc)
A	Blanco	0,10	0,09	0,00	0,00
	1	0,10	0,09	1,92	0,57
	2	0,09	0,09	2,07	0,73
	3	0,09	0,09	1,89	0,73
B	Blanco	0,17	0,17	0,35	0,00
	1	0,07	0,06	1,28	0,00
	2	0,07	0,07	1,49	0,07
	3	0,08	0,07	1,84	0,06
C	Blanco	0,10	0,06	0,00	0,00
	1	0,07	0,06	1,23	0,21
	2	0,08	0,07	1,48	0,33
	3	0,08	0,07	1,43	0,11

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXI. **Cálculo de u(x) y u(Res) de sílice disuelto y reducción de alcalinidad para el agregado fino 2**

Analista	Muestra	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)	u(Sc)	u(Rc)
A	Blanco	0,10	0,09	0,00	0,00
	1	0,09	0,09	2,07	0,34
	2	0,09	0,09	1,89	0,36
	3	0,09	0,09	2,07	0,38
B	Blanco	0,21	0,21	0,00	0,00
	1	0,06	0,06	1,80	0,11
	2	0,07	0,06	1,65	0,13
	3	0,06	0,06	2,25	0,04
C	Blanco	0,32	0,32	0,00	0,00
	1	0,07	0,06	1,84	0,00
	2	0,08	0,07	2,14	-0,05
	3	0,07	0,06	1,74	-0,04

Fuente: elaboración propia.

3. Análisis estadístico

Tabla CXII. **Cálculo del contraste de Grubbs para la Rc del agregado grueso**

Analista	Rc (mmol/L)	x	s	G
A	54,6187			1,1337
B	45,7240	47,9427	5,8889	0,3768
C	43,4853			0,7569

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXIII. **Cálculo del contraste de Grubbs para la Sc del agregado grueso**

Analista	Sc (mmol/L)	x	s	G
A	4,0000			0,5774
B	6,0000	4,6667	1,1547	1,1547
C	4,0000			0,5774

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXIV. **Cálculo del contraste de Grubbs para la Rc del agregado fino 1**

Analista	Rc (mmol/L)	x	S	G
A	7,5460			1,0760
B	0,6133	3,7727	3,5069	1,1609
C	3,1587			0,1451

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXV. **Cálculo del contraste de Grubbs para la Sc del agregado fino 1**

Analista	Sc (mmol/L)	x	s	G
A	20,6667			0,5774
B	20,6667	19,7778	1,5396	0,5774
C	18,0000			1,1547

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXVI. **Cálculo del contraste de Grubbs para la Rc del agregado fino 2**

Analista	Rc (mmol/L)	x	s	G
A	4,0173			1,0374
B	1,5200	1,6980	2,2357	0,0796
C	-0,4433			1,9578

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXVII. **Cálculo del contraste de Grubbs para la Sc del agregado fino 2**

Analista	Sc (mmol/L)	x	s	G
A	21,3333			1,1209
B	29,3333	26,0000	4,1633	0,8006
C	27,3333			0,3203

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXVIII. **Cálculo de ANOVA para el método fotométrico (Sc)**

Fuentes de variación	SC	GL	F	P	F crítico
Entre muestras (Tipo de agregado)	2166,518519	2	178,341463	1,36294E-12	3,554557
Dentro de muestras (Analista)	51,85185185	2	4,268292	0,030398	3,554557
Interacción	74,370370	4	3,060976	0,043507	2,927744
Error	109,333333	18	----	----	----
Total	2402,074074	26	----	----	----

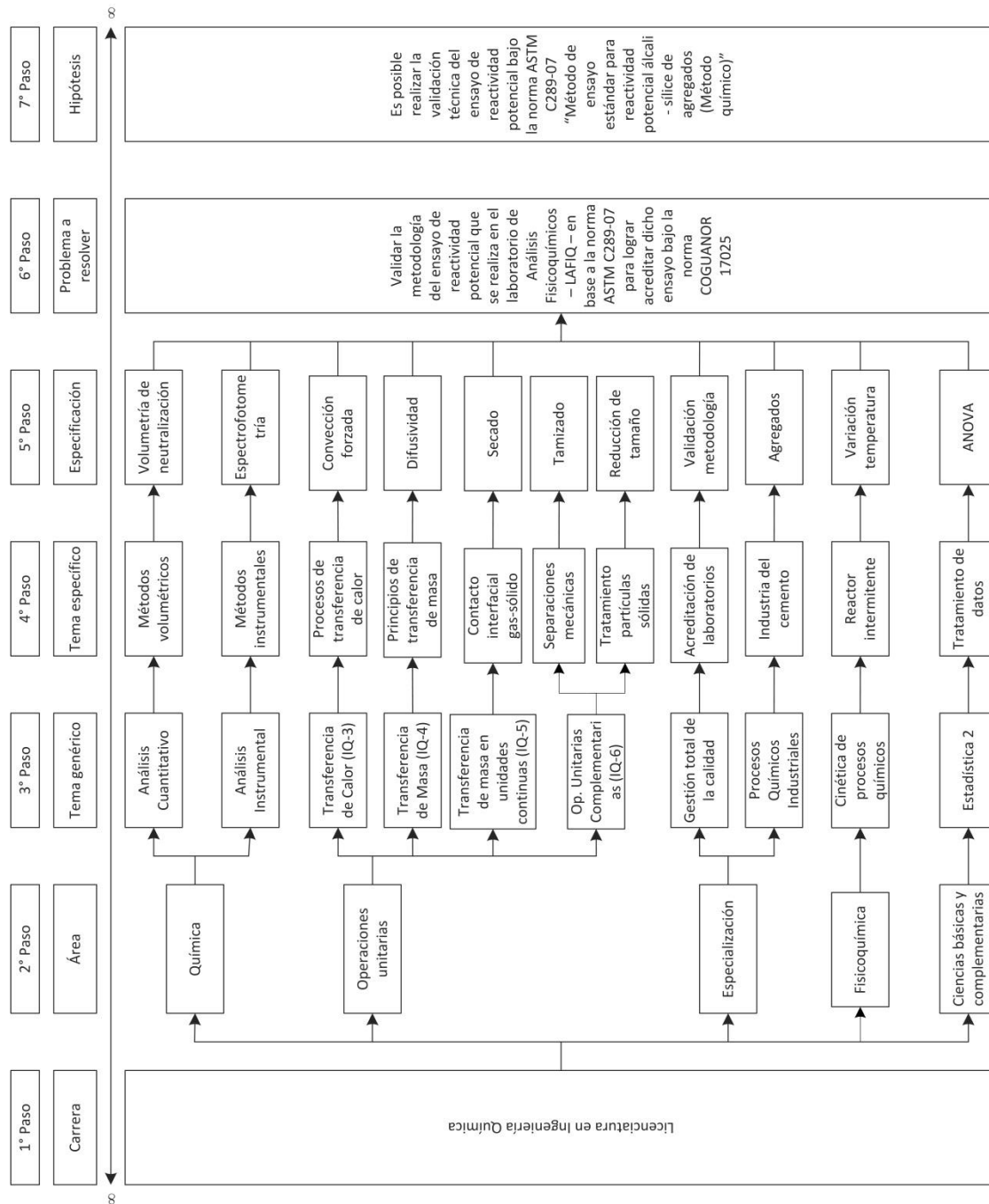
Fuente: elaboración propia.

Tabla CXIX. **Cálculo de ANOVA para el método volumétrico (Rc)**

Fuentes de variación	SC	GL	F	P	F crítico
Entre muestras (Tipo de agregado)	12281,58701	2	8067,357312	2,64998E-27	3,554557
Dentro de muestras (Analista)	245,930545	2	161,543421	3,17445E-12	3,554557
Interacción	65,925471	4	21,652101	1,11758E-06	2,927744
Error	13,701424	18	----	----	----
Total	12607,14445	26	----	----	----

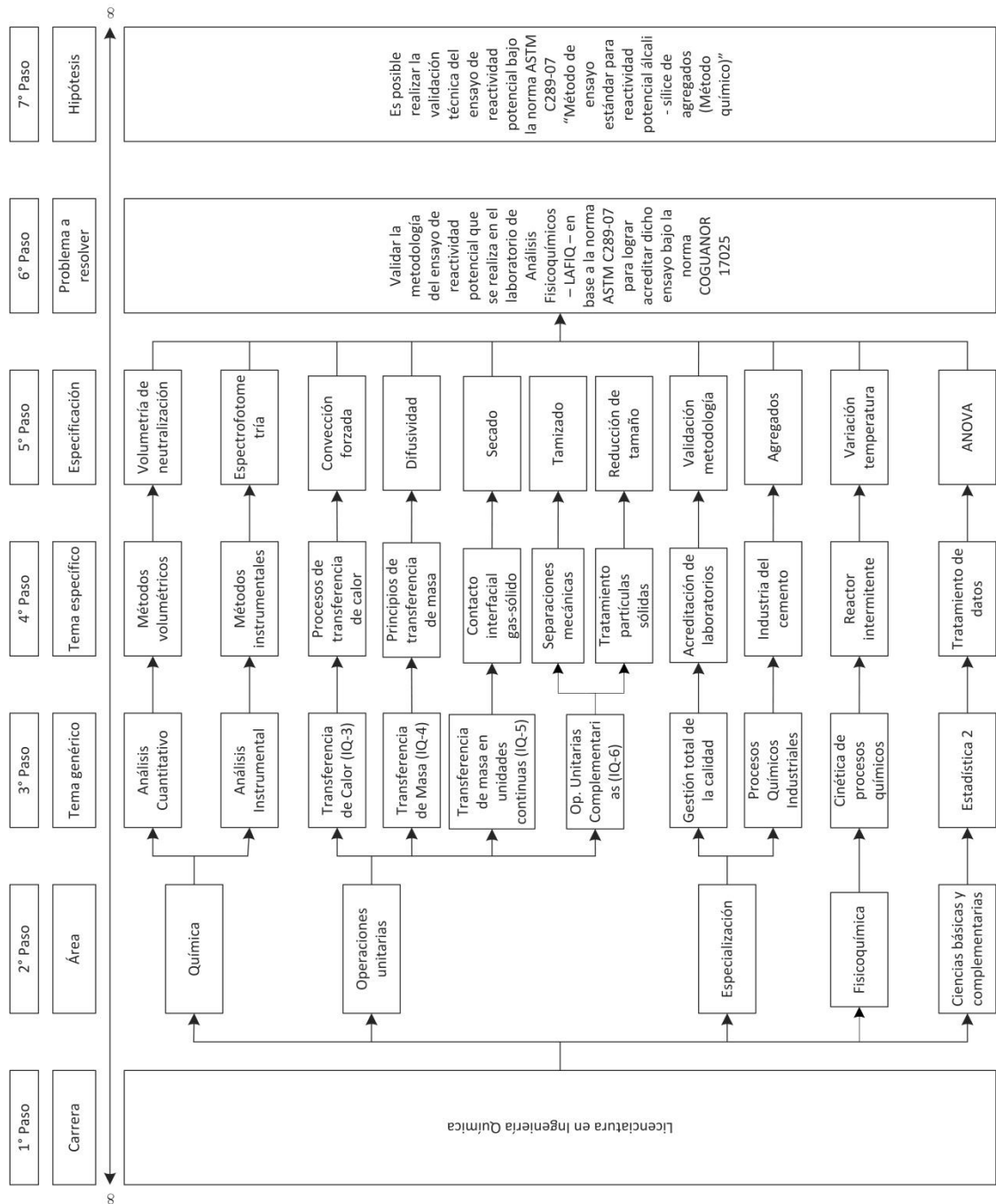
Fuente: elaboración propia.

Figura 15. Diagrama de requisitos académicos



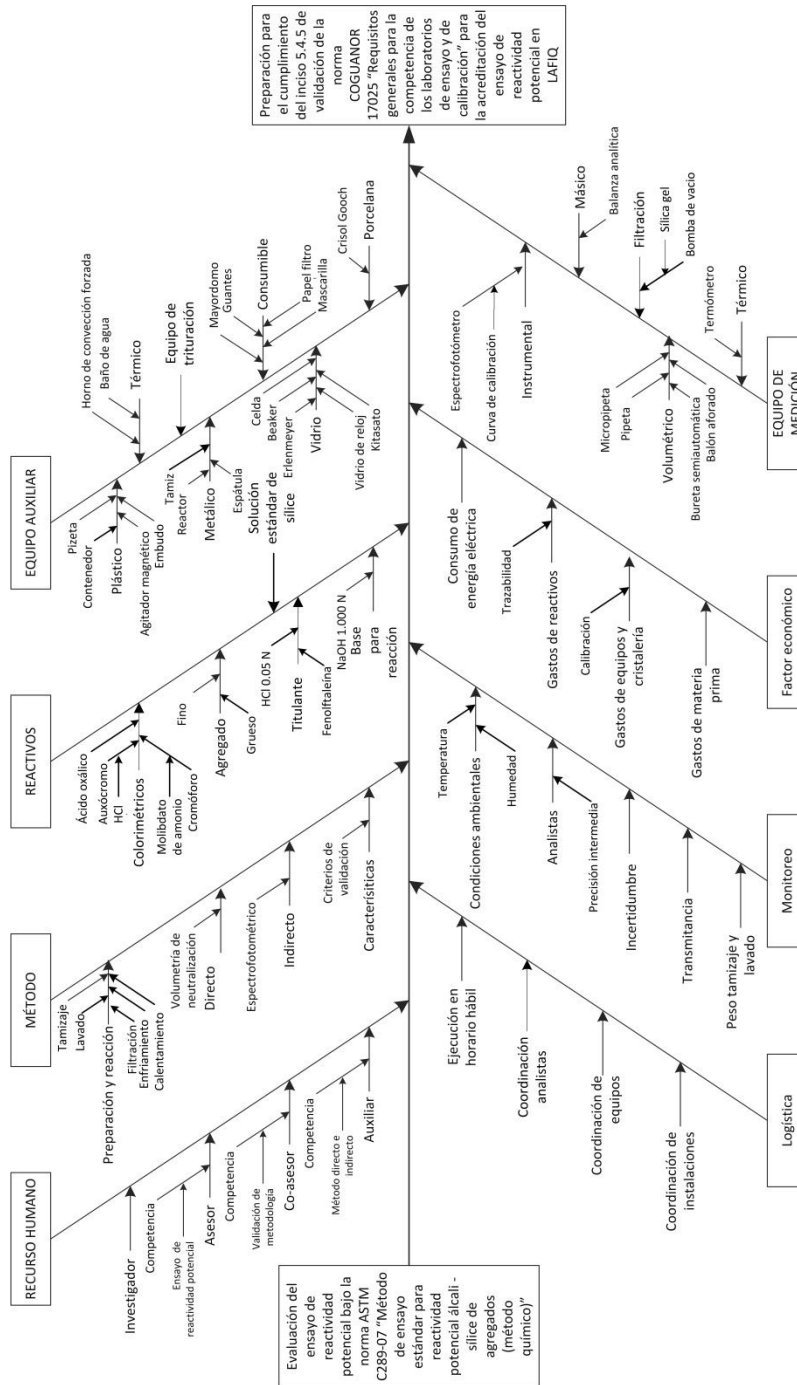
Fuente: elaboración propia.

Figura 16. Diagrama de requisitos académicos



Fuente: elaboración propia.

Figura 17. Diagrama de requisitos académicos



Fuente: elaboración propia.

Figura 18. Ejemplo de uno de los registros utilizados para manipular los datos: Registro para validación de los métodos de ensayo



1. INFORMACION			
Alcance (seleccionar): <ul style="list-style-type: none"> N° analitos: <input type="checkbox"/> 1 <input checked="" type="checkbox"/> >1 1-especiado <input type="checkbox"/> 1 <input type="checkbox"/> >1 N° matrices: <input type="checkbox"/> 1 <input type="checkbox"/> >1 		Requisitos (que afectan a la característica a validar): Resultados satisfactorios si ninguno de los tres valores de Rc y Sc difieren del promedio de los tres por más de: a) cuando el promedio es 100 mmol/L o menos, 12 mmol/L; b) cuando el promedio es mayor a 100 mmol/L, 12%.	
CARACTERISTICA A VALIDAR (seleccionar)	REFERENCIAS (seleccionar)	DISEÑO EXPERIENCIA (especificar)	
<input type="checkbox"/> Exactitud <input type="checkbox"/> Precisión <input checked="" type="checkbox"/> Repetibilidad, s, <input type="checkbox"/> intermedia, s Factores: <input checked="" type="checkbox"/> Tiempo <input checked="" type="checkbox"/> Operario <input checked="" type="checkbox"/> Equipo <input type="checkbox"/> Identidad <input checked="" type="checkbox"/> L ₅ <input checked="" type="checkbox"/> L ₉ Intervalo <input type="checkbox"/> de trabajo <input checked="" type="checkbox"/> lineal <input type="checkbox"/> Recuperación, Rec <input type="checkbox"/> Robustez	<ul style="list-style-type: none"> Método de referencia: <input type="checkbox"/> Primario <input type="checkbox"/> Oficial <input checked="" type="checkbox"/> Normalizado <input type="checkbox"/> Alternativo Material <input type="checkbox"/> MR primario <input checked="" type="checkbox"/> MRC <input type="checkbox"/> MR <input type="checkbox"/> Patrón puro Fortificar <input type="checkbox"/> Blanco de reactivos <input type="checkbox"/> Blanco analítico <input type="checkbox"/> Blanco de muestra <input type="checkbox"/> Matriz sintética <input checked="" type="checkbox"/> Muestra 	- Nr = 3 - Ns = - - No = 3 (arenas) - Nv = 2 (método directo e indirecto) - Nf = 2 (aleatorios y sistemáticos)	Fecha 31/01/2013
Declaración (seleccionar) <input type="checkbox"/> Característica validada <input type="checkbox"/> Característica no validada <input checked="" type="checkbox"/> Característica validada con restricciones		V°B° Licda. Ingrid Lorena Benitez Pacheco Firma	
Observaciones: Se establece el correcto desempeño de la metodología de reactividad potencial por el método químico realizada en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos -LAFIQ/QI-. Se establecieron las 3 arenas como material de referencia de agregados.			

- L₅: límite de detección
 L₉: límite de cuantificación
 Nr: número de réplicas de un ensayo
 Ns: número de vectores – serie en un estudio
 No: número de objetos
 Nv: número de variables (distintos parámetros y/o magnitudes medidas sobre uno o varios objetos)
 Nf: número de factores en un estudio (excluyendo la repetibilidad)

Registro para validación de los métodos de ensayo Toda copia impresa de este documento es considerada copia no controlada	USAC-CII-QUINDLAFIQ-FO-337 Versión 01
--	--

Fuente: elaboración propia.

Figura 19. **Fotografías del procedimiento para muestreo interno**



Fuente: Edificio T5. Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII). Primer nivel.

Figura 20. **Fotografías del procedimiento para la reacción de la muestra**



Fuente: Edificio T5. Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII). Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI).

Figura 21. **Fotografías del procedimiento para la reacción de la muestra**



Fuente: Edificio T5. Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII). Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI).

Figura 22. **Fotografías del procedimiento para la determinación de sílice disuelta y reducción de alcalinidad**



Fuente: Edificio T5. Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII). Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI).

ANEXOS

**NORMA
TECNICA
GUATEMALTECA**

**COGUANOR NTG/
ISO/IEC 17 025
1ª. Revisión**

Suaviluze a la Norma COGUANOR
NORCOPANTISO/IEC 17 025.
Publicada el 27 de septiembre de 2001

**Requisitos generales para la competencia de los laboratorios
de ensayo y de calibración**



Comisión Guatemalteca de Normas
Ministerio de Economía

Edificio Centro Nacional de Metrología
Calle 24, Zona 12
Teléfonos: (502) 2476-6784, 31 87
Fax: (502) 2476-6777
info-coguanor@minieco.gob.gt
www.minieco.gob.gt

Referencia
ICS: 03.120.20

COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025

2/38

INDICE	Página
Prologo	4
Prologo COGUANOR	5
Introducción	6
1 Alcance	7
2 Referencias normativas	8
3 Términos y definiciones	8
4 Requisitos de gestión	8
4.1 Organización	8
4.2 Sistema de gestión	9
4.3 Control de los documentos	10
4.3.1 Control de los documentos	10
4.3.2 Aprobación y emisión de los documentos	11
4.3.3 Cambios a los documentos	11
4.4 Revisión de las solicitudes, las ofertas y los contratos	11
4.4.1 Subcontratación de ensayos y de calibraciones	12
4.5 Compras de servicios y de suministros	13
4.5.1 Compras de servicios	13
4.5.2 Compras de suministros	13
4.6 Quejas	13
4.6.1 Quejas al cliente	13
4.6.2 Quejas de clientes	13
4.9 Control del trabajo de ensayo o de calibración no conforme	14
4.10 Mejora	14
4.11 Acciones correctivas	14
4.11.1 Generalidades	14
4.11.2 Planificación	14
4.11.3 Selección e implementación de las acciones correctivas	15
4.11.4 Monitorización de las acciones correctivas	15
4.11.5 Auditorías adicionales	15
4.12 Acciones preventivas	15
4.13 Control de los registros	15
4.13.1 Generalidades	15
4.13.2 Retención	16
4.14 Auditorías internas	16
4.15 Revisiones por la dirección	17
5 Requisitos técnicos	17
5.1 Generalidades	17
5.2 Instalaciones	18
5.3 Instalaciones y condiciones ambientales	19
5.4 Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos	20
5.4.1 Generalidades	20
5.4.2 Selección de los métodos	20
5.4.3 Métodos desautorizados por el laboratorio	21
5.4.4 Validación de los métodos	21
5.4.5 Validación de los métodos	21
5.4.6 Estimación de la incertidumbre de la medición	22
5.4.7 Control de los datos	23
5.5 Equipos	23
5.5.1 Trazabilidad de la medición	23
5.5.2 Mantenimiento	25
5.5.3 Referencias	25
5.5.4 Patrones de referencia y materiales de referencia	27
5.5.5 Muestreo	27
5.7 Manejo de los objetos a ensayar y a calibrar	28

C O N T I N U A

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">3/38</p> <p>5.9 Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y de calibración 29</p> <p>5.10 Informe de los resultados 29</p> <p>5.10.1 Informes de ensayo y certificados de calibración 29</p> <p>5.10.2 Informes de ensayo y certificados de calibración 29</p> <p>5.10.3 Informes de ensayo 30</p> <p>5.10.4 Certificados de calibración 31</p> <p>5.10.5 Opiniones e interpretaciones 31</p> <p>5.10.6 Resultados de ensayo y de calibración obtenidos de laboratorios subcontratados .. 32</p> <p>5.10.7 Presentación de los informes de ensayo y de calibración 32</p> <p>5.10.8 Presentación de los informes de los certificados 32</p> <p>5.10.9 Enmiendas a los informes de ensayo y a los certificados de calibración 32</p> <p>6 Correspondencia 33</p> <p>Anexo A (informativo) Referencias cruzadas normativas a la norma ISO 9001:2000 34</p> <p>Anexo B (informativo) Directrices para establecer aplicaciones para campos específicos..... 36</p> <p>Bibliografía 37</p>	<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">4/38</p> <p style="text-align: center;">Prólogo</p> <p>ISO (Organización Internacional de Normalización) e IEC (Comisión Electrotécnica Internacional) forman el sistema especializado para la normalización mundial. Los organismos nacionales miembros de ISO e IEC se comprometen a trabajar conjuntamente para establecer normas internacionales técnicas por la organización específica para tratar sobre campos particulares de la actividad técnica. Los comités técnicos de ISO e IEC colaboran en campos de interés mutuo. Otras organizaciones internacionales, públicas y privadas, vinculadas a ISO e IEC, también participan en el trabajo. En el campo de la evaluación de la conformidad, el Comité de ISO para la evaluación de la conformidad (CASCO) es responsable del desarrollo de Normas y Guías Internacionales.</p> <p>Las Normas Internacionales se redactan de acuerdo con las reglas establecidas en la Parte 2 de las Directivas ISO/IEC.</p> <p>Los Proyectos de Normas Internacionales se circulan a los organismos nacionales para votación. La publicación como Norma Internacional requiere la aprobación de por lo menos el 75% de los organismos nacionales con derecho a voto.</p> <p>Se hace notar la posibilidad de que algunos de los elementos de este documento puedan estar sujetos a derechos de patente. ISO e IEC no se responsabilizan de la identificación de ningún derecho de patente.</p> <p>La Norma ISO/IEC 17025 fue preparada por el Comité CASCO de ISO.</p> <p>Esta segunda edición anula y reemplaza a la primera edición (ISO/IEC 17025:1995), la cual ha sido revisada técnicamente.</p> <p style="text-align: right;">C O N T I N U A</p>
--	--

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">5/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: center;">Prologo COGUANOR</p> <p>La Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR) es el Organismo Nacional de Normalización. Es una entidad adscrita al Ministerio de Economía cuya principal misión es la de proporcionar soporte técnico al sector productivo y protección al consumidor, por medio de la actividad de normalización.</p> <p>La Comisión Guatemalteca de Normas preocupada por el desarrollo de la actividad productiva de bienes y servicios en el país, atiende las solicitudes de los sectores industrial, comercial, oficial y académico, a fin de elaborar o revisar las normas que se requieren con el objeto de mantenerlas actualizadas..</p> <p>El estudio de la presente norma estuvo a cargo del Comité Técnico de Trabajo para la Elaboración de Normas para la Acreditación de Laboratorios, integrado por los miembros que se indican a continuación:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Departamento de Toxicología / USAC - Instituto de Nutrición para Centroamérica y Panamá (INCAP) - Distribuidora Mercurio, S.A. (DISMERSA) - Comisión Guatemalteca de Laboratorios/Avicla Villalobos - Asociación de Químicos Biólogos de Guatemala - Consultoras independientes - Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR) 	<p style="text-align: center;">6/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: center;">Introducción</p> <p>La primera edición (1995) de esta Norma Internacional fue producto de la amplia experiencia adquirida en la implementación de la Guía ISO/IEC 25 y de la Norma EN 45001, a las que reemplazó. Contiene todos los requisitos que llenen que cumplir los laboratorios de ensayo y de calibración al ser demostrados que poseen un sistema de gestión, son técnicamente competentes y son capaces de generar resultados técnicamente válidos.</p> <p>La primera edición hacía referencia a las Normas ISO 9001:1984 e ISO 9002:1984. Estas normas han sido reemplazadas por la Norma ISO 9001:2000, lo que hizo necesario alinear la Norma ISO/IEC 17025. En esta segunda edición se han modificado o agregado numerales solo cuando se consideró necesario a la luz de la Norma ISO 9001:2000.</p> <p>Los organismos de acreditación que reconocen la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración deberían usar esta Norma Internacional como la base para la acreditación. El capítulo 4 establece los requisitos para una gestión sólida. El capítulo 5 establece los requisitos para la competencia técnica en los tipos de ensayos o de calibraciones que el laboratorio lleva a cabo.</p> <p>El uso extensivo de los sistemas de gestión ha producido un aumento de la necesidad de asegurar que los laboratorios, por su naturaleza, son capaces de proporcionar o proporcionar servicios que puedan funcionar de acuerdo con un sistema de gestión de la calidad que se considere que cumple la Norma ISO 9001 así como esta Norma Internacional. Por ello, se ha tenido el cuidado de incorporar todos aquellos requisitos de la Norma ISO 9001 que son pertinentes al alcance de los servicios de ensayo y de calibración cubiertos por el sistema de gestión del laboratorio.</p> <p>Los laboratorios de ensayo y de calibración que cumplen esta Norma Internacional funcionarán, por lo tanto, también de acuerdo con la Norma ISO 9001.</p> <p>La conformidad del sistema de gestión de la calidad implementado por el laboratorio, con los requisitos de la Norma ISO 9001, no constituye por sí sola una prueba de la competencia del laboratorio para producir datos y resultados técnicamente válidos. Por otro lado, la conformidad demostrada con esta Norma Internacional tampoco significa que el sistema de gestión de la calidad implementado por el laboratorio cumpla todos los requisitos de la Norma ISO 9001.</p> <p>La aceptación de los resultados de ensayo y de calibración entre países debería resultar más fácil si los laboratorios cumplen esta Norma Internacional y obtienen la acreditación de organismos que han firmado acuerdos de reconocimiento mutuo con organismos equivalentes que utilizan esta Norma Internacional en otros países.</p> <p>El uso de esta Norma Internacional facilitará la cooperación entre los laboratorios y otros organismos y ayudará al intercambio de información y experiencia, así como a la armonización de normas y procedimientos.</p>
---	---

CONTINUA

CONTINUA

<p style="text-align: center;">7/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <h3 style="text-align: center;">Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración</h3> <p>1 Alcance</p> <p>1.1 Esta Norma establece los requisitos generales para la competencia en la realización de ensayos¹⁾ o de calibraciones, incluido el muestreo. Cubre los ensayos y las calibraciones que se realizan por métodos normalizados, métodos no normalizados y métodos desarrollados por el propio laboratorio.</p> <p>1.2 Esta Norma es aplicable a todas las organizaciones que realizan ensayos o calibraciones. Estas pueden ser, por ejemplo, los laboratorios de primera, segunda y tercera parte, y los laboratorios en los que los ensayos o las calibraciones forman parte de la inspección y la certificación de productos.</p> <p>Esta Norma es aplicable a todos los laboratorios, independientemente de la cantidad de empleados o de la extensión del alcance de las actividades de ensayo o de calibración. Cuando un laboratorio no realiza una o varias de las actividades contempladas en esta Norma, tales como el muestreo o el ensayo, y desarrollo de nuevos métodos, los requisitos de los números correspondientes no se aplican.</p> <p>1.3 Las notas que se incluyen proporcionan aclaraciones del texto, ejemplos y orientación. No contienen requisitos y no forman parte integral de esta Norma.</p> <p>1.4 Esta Norma es para que la utilicen los laboratorios cuando desarrollan los sistemas de gestión para sus actividades de la calidad, administrativas y técnicas. También puede ser utilizada por los clientes del laboratorio, las autoridades regulatorias y los organismos de acreditación cuando confirman o reconocen la competencia de los laboratorios. Esta Norma no está destinada a ser utilizada como la base para la certificación de los laboratorios.</p> <p>NOTA 1 El término "sistema de gestión" en esta Norma, designa los sistemas de la calidad, administrativos y técnicos, que rigen las actividades de un laboratorio.</p> <p>NOTA 2 La certificación de un sistema de gestión a veces también se denomina registro.</p> <p>1.5 El cumplimiento de los requisitos regulatorios y de seguridad, relacionados con el funcionamiento de los laboratorios, no está cubierto por esta Norma.</p> <p>1.6 Si los laboratorios de ensayos y de calibración cumplen los requisitos de esta Norma, pueden optar por un sistema de gestión de la calidad que cumpla con los requisitos de esta Norma. También cumplirá los principios de la Norma COGUANOR NGRISO 9001. El Anexo A proporciona referencias nominales cruzadas entre esta Norma y la Norma COGUANOR NGRISO 9001. Esta Norma cubre requisitos para la competencia técnica que no están cubiertos por la Norma COGUANOR NGRISO 9001.</p> <p>NOTA 1 Puntos ser necesario explicar o interpretar ciertos requisitos de esta Norma a fin de asegurar que los campos específicos, especialmente para los organismos de acreditación (véase la Norma ISO/IEC 17011).</p> <p>NOTA 2 Si un laboratorio desea ser acreditado para todos o para parte de sus actividades de ensayo y de calibración, debería seleccionar un organismo de acreditación que funcione de acuerdo con la Norma ISO/IEC 17011.</p>	<p style="text-align: center;">8/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <h3 style="text-align: center;">2 Referencias normativas</h3> <p>Los documentos de referencia siguientes son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias con fecha solo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición del documento de referencia (incluyendo cualquier modificación).</p> <p>ISO/IEC 17000, Evaluación de la conformidad – Vocabulario y principios generales</p> <p>VIM, Vocabulario Internacional de Términos Fundamentales y Generales de Metrología, publicado por BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP y OIML. (Revisar versión en español)</p> <p>NOTA. En la Bibliografía se citan otras normas, guías, etc., relacionadas con los temas tratados en esta Norma.</p> <h3 style="text-align: center;">3 Términos y definiciones</h3> <p>A los fines de esta Norma se aplican los términos y definiciones pertinentes de la Norma ISO/IEC 17000 y del VIM.</p> <p>NOTA. En la Norma COGUANOR NGRISO 9000 se establecen las definiciones generales relativas a la calidad, mientras que la Norma ISO/IEC 17000 establece definiciones que se refieren específicamente a la certificación y la acreditación de laboratorios. Cuando las definiciones de la Norma COGUANOR NGRISO 9000 sean diferentes, tener preferencia las de la Norma ISO/IEC 17000 y las del VIM.</p> <h3 style="text-align: center;">4 Requisitos de gestión</h3> <h4 style="text-align: center;">4.1 Organización</h4> <p>4.1.1 El laboratorio o la organización de la cual es parte, debe ser una entidad con responsabilidad legal.</p> <p>4.1.2 Es responsabilidad del laboratorio realizar sus actividades de ensayo y de calibración de modo que se cumplan los requisitos de esta Norma, independientemente de las fuentes, necesidades de los clientes, autoridades regulatorias u organizaciones que otorgan reconocimiento.</p> <p>4.1.3 El sistema de gestión debe cubrir el trabajo realizado en las instalaciones permanentes del laboratorio, en sitios fuera de sus instalaciones permanentes o en instalaciones temporales o móviles asociadas.</p> <p>4.1.4 Si el laboratorio es parte de una organización que desarrolla actividades distintas de las de ensayo y de calibración, es necesario definir las responsabilidades del personal clave de la organización que cubren las actividades de ensayo y de calibración del laboratorio, con el fin de identificar conflictos potenciales de interés.</p> <p>NOTA 1 Cuando un laboratorio es parte de una organización mayor, las disposiciones organizacionales mencionadas en los párrafos que se describen a continuación, tales como la de proporcionar recursos, no incluyen en forma directa en el cumplimiento del laboratorio con los requisitos de esta Norma.</p> <p>NOTA 2 Si el laboratorio desea ser reconocido como un laboratorio de tercera parte, deberá ser capaz de manejar o de otra índole, que pueda incluir en su juicio técnico. El laboratorio de ensayo o de calibración de tercera parte no debería involucrarse en actividades que puedan poner en peligro la confianza en su independencia de juicio e integridad en relación con sus actividades de ensayo o de calibración.</p> <p>4.1.5 El laboratorio debe:</p> <p>a) tener personal directivo y técnico que tenga, independientemente de toda otra responsabilidad, la autoridad y los recursos necesarios para desempeñar sus tareas, incluida la implementación, el</p>
---	--

C O N T I N U A

C O N T I N U A

1) El término "ensayo" en esta norma equivale a los términos "prueba" o "análisis" en algunos países.

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">9038</p> <p>mantenimiento y la mejora del sistema de gestión, y para identificar la ocurrencia de desviaciones del sistema de gestión o de los procedimientos de ensayo o de calibración, e iniciar acciones destinadas a prevenir o minimizar dichas desviaciones (véase también 5.2);</p> <p>b) tomar medidas para asegurar que su dirección y su personal están libres de cualquier presión o influencia indebida, interna o externa, comercial, financiera o de otro tipo, que pueda perjudicar la calidad de su trabajo;</p> <p>c) tener políticas y procedimientos para asegurar la protección de la información confidencial y los derechos de propiedad de sus clientes, cuando los procedimientos para la protección del almacenamiento y la transmisión electrónica de los resultados;</p> <p>d) tener políticas y procedimientos para evitar intervenir en cualquier actividad que pueda disminuir la confianza en su competencia, imparcialidad, juicio o integridad operativa;</p> <p>e) definir la organización y la estructura de gestión del laboratorio, su ubicación dentro de una instalación, y las relaciones entre la gestión de la calidad, las operaciones técnicas y los servicios de apoyo;</p> <p>f) especificar la responsabilidad, autoridad e interrelación de todo el personal que dirige, realiza o verifica el trabajo que afecta a la calidad de los ensayos o de las calibraciones;</p> <p>g) proveer una supervisión adecuada del personal encargado de los ensayos y de las calibraciones, asegurando el cumplimiento del propósito de cada ensayo o calibración y con la evaluación de los resultados de los ensayos o de las calibraciones;</p> <p>h) tener una dirección técnica con la responsabilidad total de las operaciones técnicas y el suministro de los recursos necesarios para asegurar la calidad requerida de las operaciones del laboratorio;</p> <p>i) nombrar un miembro del personal como director de la calidad (o como se designe), quien, independientemente de otras obligaciones y responsabilidades, debe tener definidas la responsabilidad y la autoridad para asegurar que el sistema de gestión de la calidad será implementado y respetado en todo momento; el director de la calidad debe tener acceso directo al más alto nivel directivo en el cual se toman decisiones sobre la política y los recursos del laboratorio;</p> <p>j) nombrar suplentes para el personal directivo clave (véase la nota);</p> <p>k) asegurar que su personal es consciente de la pertinencia e importancia de sus actividades y de la manera en que contribuyen al logro de los objetivos del sistema de gestión.</p> <p>NOTA. Las personas pueden tener más de una función y puede no ser práctico designar suplentes para cada función.</p> <p>4.1.6 La alta dirección debe asegurar que se establezcan procesos de comunicación apropiados dentro del laboratorio y que la comunicación se realice considerando la efectividad del sistema de gestión.</p> <p>4.2 Sistema de gestión</p> <p>4.2.1 El laboratorio debe establecer, implementar y mantener un sistema de gestión apropiado al alcance de sus actividades. El laboratorio debe documentar sus políticas, sistemas, programas, procedimientos e instrucciones tanto como sea necesario para asegurar la calidad de los resultados de los ensayos o de las calibraciones. La documentación del sistema debe ser comunicada al personal pertinente, debe ser comprendida por él, debe estar a su disposición y debe ser implementada por él.</p> <p>4.2.2 Las políticas del sistema de gestión del laboratorio concernientes a la calidad, incluida una declaración de la política de la calidad, deben estar definidas en un manual de la calidad (o como se</p>	<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">10038</p> <p>designe). Los objetivos generales deben ser establecidos y revisados durante la revisión por la dirección. La declaración de la política de la calidad debe ser emitida bajo la autoridad de la alta dirección. Como mínimo debe incluir lo siguiente:</p> <p>a) el compromiso de la dirección del laboratorio con la buena práctica profesional y con la calidad de sus ensayos y de sus calibraciones en el servicio a sus clientes;</p> <p>b) una declaración de la dirección con respecto al tipo de servicio ofrecido por el laboratorio;</p> <p>c) el propósito del sistema de gestión de la calidad;</p> <p>d) un requisito de que todo el personal relacionado con las actividades de ensayo y de calibración dentro del laboratorio se familiarice con la documentación de la calidad e implemente las políticas y los procedimientos en su trabajo;</p> <p>e) el compromiso de la dirección del laboratorio de cumplir esta Norma y mejorar continuamente la efectividad del sistema de gestión.</p> <p>NOTA. La declaración de la política de la calidad debería ser concisa y puede incluir el requisito de que los ensayos y las calibraciones siempre deben efectuarse de acuerdo con los métodos establecidos y los requisitos de los clientes. Cuando el laboratorio se familiarice con la documentación de la calidad e implemente los requisitos de la política de la calidad pueden estar en otros documentos.</p> <p>4.2.3 La alta dirección debe proporcionar evidencias del compromiso con el desarrollo y la implementación del sistema de gestión y con mejorar continuamente su efectividad.</p> <p>4.2.4 La alta dirección debe comunicar a la organización la importancia de satisfacer tanto los requisitos del cliente como los legales y reglamentarios.</p> <p>4.2.5 El manual de la calidad debe contener o hacer referencia a los procedimientos de apoyo, incluidos los procedimientos técnicos. Este debe esquematizar la estructura de la documentación utilizada en el sistema de gestión.</p> <p>4.2.6 En el manual de la calidad deben estar definidas las funciones y responsabilidades de la dirección técnica y del director de la calidad, incluida su responsabilidad para asegurar el cumplimiento de esta Norma.</p> <p>4.2.7 La alta dirección debe asegurar que se mantiene la integridad del sistema de gestión cuando se permitan e implementen cambios en éste.</p> <p>4.3 Control de los documentos</p> <p>4.3.1 Generalidades</p> <p>El laboratorio debe establecer y mantener procedimientos para el control de todos los documentos que forman parte de su sistema de gestión (generados internamente o de fuentes externas), tales como la reglamentación, las normas y otros documentos normativos, los métodos de ensayo o de calibración, así como los dibujos, el software, las especificaciones, las instrucciones y los manuales.</p> <p>NOTA 1. En este contexto el término "documento" puede significar descripciones de la política, procedimientos, especificaciones, tablas de calibración, gráficos, manuales, planes, avisos, memoranda, software, dibujos, planos, etc. Estos documentos pueden estar en diversos medios, ya sea en papel o en medio electrónico, y pueden ser digitales, analógicos, fotográficos o escritos.</p> <p>NOTA 2. El control de los datos relacionados con los ensayos y las calibraciones se describe en el numeral 5.4.7. El control de los registros se describe en el numeral 4.1.2.</p> <p style="text-align: right;">C O N T I N U A</p>
---	---

<p>11/28</p> <p>COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>4.3.2 Aprobación y emisión de los documentos</p> <p>4.3.2.1 Todos los documentos distribuidos entre el personal del laboratorio como parte del sistema de gestión deben ser revisados y aprobados para su uso, por el personal autorizado antes de su emisión. El sistema de gestión debe proporcionar un mecanismo de control de versiones para la documentación, identificación del estado de revisión, vigencia y la destrucción de los documentos. El sistema de gestión, la cual debe ser fácilmente accesible con el fin de evitar el uso de documentos no válidos u obsoletos.</p> <p>4.3.2.2 Los procedimientos adoptados deben asegurar que:</p> <ol style="list-style-type: none"> las ediciones autorizadas de los documentos pertinentes estén disponibles en todos los sitios en los que se llevan a cabo operaciones esenciales para el funcionamiento efectivo del laboratorio; los documentos sean examinados periódicamente y, cuando sea necesario, modificados para asegurar la adecuación y el cumplimiento continuo con los requisitos aplicables; los documentos no válidos u obsoletos sean retirados inmediatamente de todos los puntos de emisión o uso, o sean protegidos de alguna otra forma del uso involuntario; los documentos obsoletos, retirados por motivos legales o de preservación del conacimiento, sean adecuadamente marcados. <p>4.3.2.3 Los documentos del sistema de gestión generados por el laboratorio deben ser identificados unívocamente. Dicha identificación debe incluir la fecha de emisión o una identificación de la revisión, la numeración de las páginas, el número total de páginas o una marca que indique el final del documento, y la o las personas autorizadas a emitirlos.</p> <p>4.3.3 Cambios a los documentos</p> <p>4.3.3.1 Los cambios a los documentos deben ser revisados y aprobados por la persona que origina el puesto de trabajo que fue responsable de la revisión original, a menos que se designe a otra persona autorizada para hacerlo. El responsable debe tener acceso a los antecedentes pertinentes sobre los que basará su revisión y su aprobación.</p> <p>4.3.3.2 Cuando sea posible, se debe identificar el texto modificado o nuevo en el documento o en los anexos apropiados.</p> <p>4.3.3.3 Si el sistema de control de los documentos del laboratorio permite modificaciones a mano, hasta que se emita una nueva versión, se deben definir los procedimientos y las personas autorizadas para realizar tales modificaciones. Las modificaciones deben estar claramente identificadas, firmadas y fechadas. Un documento revisado debe ser editado nuevamente tan pronto como sea posible.</p> <p>4.3.3.4 Se deben establecer procedimientos para desordir como se realizan y controlan las modificaciones de los documentos conservados en los sistemas computarizados.</p> <p>4.4 Revisión de las solicitudes, las ofertas y los contratos</p> <p>4.4.1 El laboratorio debe establecer y mantener procedimientos para la revisión de las solicitudes, las ofertas y los contratos. Las políticas y los procedimientos para estas revisiones, que den por resultado un contrato para la realización de un ensayo o de una calibración, deben asegurar que:</p> <ol style="list-style-type: none"> los requisitos, incluidos los métodos a utilizar, están adecuadamente definidos, documentados y entendidos (véase 5.4.2); el laboratorio tiene la capacidad y los recursos para cumplir con los requisitos; se selecciona el método de ensayo o de calibración apropiado, que sea capaz de satisfacer los requisitos de los clientes (véase 5.4.2). 	<p>12/28</p> <p>COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>Cuquier diferencia entre la solicitud u oferta y el contrato debe ser resuelta antes de iniciar cualquier trabajo. Cada contrato debe ser aceptable tanto para el laboratorio como para el cliente.</p> <p>NOTA 1 La revisión de la solicitud, la oferta o el contrato debería ser conducida de una manera práctica y oportuna. El efecto de los aspectos financieros, legales y de programación del tiempo debería ser tomado en cuenta. Para los clientes internos, las revisiones de las solicitudes, las ofertas y los contratos se pueden realizar en forma simplificada.</p> <p>NOTA 2 La revisión de la capacidad debería establecer que el laboratorio posee los recursos físicos, de personal y de información necesarios, y que el personal del laboratorio tiene las habilidades y la experiencia necesarias para la realización de los ensayos o de las calibraciones en cuestión. La revisión puede también incluir los resultados de una participación anterior en comparaciones interlaboratorio o en ensayos de aptitud, y la experiencia de personal que ha trabajado en el laboratorio. La revisión debería tener en cuenta el valor conocido con el fin de determinar los incertidumbres de medición, los límites de detección, los límites de confianza, etc.</p> <p>NOTA 3 Un contrato puede ser cualquier acuerdo oral o escrito que tenga por finalidad proporcionar servicios de ensayo o de calibración a un cliente.</p> <p>4.4.2 Se deben conservar los registros de las revisiones, incluidas todas las modificaciones significativas. También se deben conservar los registros de las conversaciones mantenidas con los clientes relacionadas con sus requisitos o con los resultados del trabajo realizado durante el período de ejecución del contrato.</p> <p>NOTA 4 Para la revisión de tareas de rutina y otras tareas simples, se considera que es suficiente registrar la fecha y la identificación (por ejemplo las iniciales) de la persona del laboratorio responsable de realizar el trabajo contratado. Para las tareas rutinarias repetitivas talo es necesario hacer la revisión en la etapa final de conclusión, y si se trata de un trabajo rutinario permanentemente, realizado según un acuerdo general con el cliente, al registrar la fecha de la revisión. Para las tareas de ensayo o de calibración nuevas, complejas o avanzadas, se debería mantener un registro más completo.</p> <p>4.4.3 La revisión también debe incluir cualquier trabajo que el laboratorio subcontrate.</p> <p>4.4.4 Se debe informar al cliente de cualquier desviación con respecto al contrato.</p> <p>4.4.5 Si un contrato necesita ser modificado después de haber comenzado el trabajo, se debe repetir el mismo proceso de revisión de contrato y se deben comunicar los cambios a todo el personal afectado.</p> <p>4.5 Subcontratación de ensayos y de calibraciones</p> <p>4.5.1 Cuando un laboratorio subcontrate un trabajo, ya sea debido a circunstancias no previstas (por ejemplo, carga de trabajo, necesidad de conocimientos técnicos adicionales o incapacidad del personal) o a la necesidad de recursos especializados, se debe seleccionar un laboratorio subcontratado competente. Un laboratorio subcontratado competente es el que, por ejemplo, cumple esta Norma para el trabajo en cuestión.</p> <p>4.5.2 El laboratorio debe advertir al cliente, por escrito, sobre el acuerdo y, cuando corresponda, obtener la aprobación del cliente, preferiblemente por escrito.</p> <p>4.5.3 El laboratorio es responsable frente al cliente del trabajo realizado por el laboratorio subcontratado, excepto en el caso que el cliente o una autoridad reguladora especifique el laboratorio a subcontratar.</p> <p>4.5.4 El laboratorio debe mantener un registro de todos los laboratorios que subcontrata para los ensayos o las calibraciones, y un registro de la evidencia del cumplimiento con esta Norma para el trabajo en cuestión.</p>
---	--

C O N T I N U A

C O N T I N U A

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">13038</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>4.8 Compras de servicios y de suministros</p> <p>4.8.1 El laboratorio debe tener una política y los procedimientos para la selección y la compra de los servicios y suministros que utiliza y que afectan a la calidad de los ensayos o de las calibraciones. Deben estar procedimientos para la compra, la recepción y el almacenamiento de los reactivos y materiales consumibles de laboratorio que se necesitan para los ensayos y las calibraciones.</p> <p>4.8.2 El laboratorio debe asegurar que los suministros, los reactivos y los materiales consumibles adquiridos que afectan a la calidad de los ensayos o de las calibraciones, no sean utilizados hasta que hayan sido inspeccionados, o de otro modo se verifique su cumplimiento con las especificaciones normalizadas o los requisitos definidos en los métodos para los ensayos o las calibraciones concernientes. Estos servicios y suministros utilizados deben cumplir con los requisitos especificados. Se deben mantener registros de las acciones tomadas para verificar el cumplimiento.</p> <p>4.8.3 Los documentos de compra de los elementos que afectan a la calidad del producto del laboratorio deben cumplir con los requisitos especificados en los procedimientos. Estos documentos de compra deben ser revisados y aprobados en cuanto a su contenido técnico antes de ser liberados.</p> <p>NOTA La descripción puede incluir el tipo, la clase, el grado, una identificación precisa, especificaciones, condiciones de almacenamiento y la aplicación de los resultados de ensayo, la calidad requerida y la norma del sistema de gestión bajo la que fueron realizados.</p> <p>4.8.4 El laboratorio debe evaluar a los proveedores de los productos consumibles, suministros y servicios críticos que afectan a la calidad de los ensayos y de las calibraciones, y debe mantener los registros de dichas evaluaciones y establecer una lista de aquellos que hayan sido aprobados.</p> <p>4.7 Servicio al cliente</p> <p>4.7.1 El laboratorio debe estar dispuesto a cooperar con los clientes o sus representantes para ayudar a solucionar el cliente y para minimizar el desajuste del laboratorio en relación con el trabajo realizado, siempre que el laboratorio garantice la confiabilidad hacia otros clientes.</p> <p>NOTA 1 Esta cooperación puede incluir:</p> <ul style="list-style-type: none"> a) permitir al cliente o a su representante acceso razonable a las áreas pertinentes del laboratorio para preparar los ensayos o las calibraciones efectuadas para el cliente; b) la preparación, el empaque y el despacho de los objetos sometidos a ensayo o calibración, que el cliente necesite con fines de verificación. <p>NOTA 2 Los clientes valoran el mantenimiento de una buena comunicación, la asistencia y los servicios de orden lógico así como las normas e interpretaciones basadas en los resultados. Se debería mantener durante todo el trabajo la comunicación con el cliente, especialmente en asignaciones grandes. El laboratorio deberá informar al cliente de cualquier demora o desviación importante en la ejecución de los ensayos o de las calibraciones.</p> <p>4.7.2 El laboratorio debe procurar obtener retroalimentación, tanto positiva como negativa, de sus clientes. La retroalimentación debe ser utilizada y analizada para mejorar el sistema de gestión, las actividades de ensayo y de calibración y el servicio al cliente.</p> <p>NOTA Las encuestas de satisfacción del cliente y la revisión de los informes de ensayo o de calibración con los clientes son ejemplos de tipos de retroalimentación.</p> <p>4.8 Quejas</p> <p>El laboratorio debe tener una política y un procedimiento para la resolución de las quejas recibidas de los clientes o de otras partes. Se deben mantener los registros de todas las quejas así como de las investigaciones y de las acciones correctivas llevadas a cabo por el laboratorio (véase también 4.11).</p>	<p style="text-align: center;">14038</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>4.9 Control del trabajo de ensayo o de calibración no conforme</p> <p>4.9.1 El laboratorio debe tener una política y unos procedimientos que se deben implementar cuando cualquier aspecto de su trabajo de ensayo o de calibración, o el resultado de dichos trabajos, no son conformes con sus propios procedimientos o con los requisitos acordados con el cliente. La política y los procedimientos deben asegurar que:</p> <ul style="list-style-type: none"> a) cuando se identifique el trabajo no conforme, se asignen las responsabilidades y las autoridades para su gestión, y se definan y se tomen las acciones (incluida la detención del trabajo y la revisión de los informes de ensayo y certificados de calibración, según sea necesario); b) se evalúe la importancia del trabajo no conforme; c) se realice la corrección inmediatamente y se tome una decisión respecto de la aceptabilidad de los trabajos no conformes; d) si fuera necesario, se notifique al cliente y se anule el trabajo; e) se defina la responsabilidad para autorizar la reanudación del trabajo. <p>NOTA Se pueden identificar trabajos no conformes o problemas con el sistema de gestión o con las actividades de ensayo o de calibración que afectan a la calidad de los ensayos o de las calibraciones. Constan ejemplos los trabajos de los clientes, el control de la calidad, la calibración de instrumentos, el control de los materiales consumibles, la supervisión del personal, la verificación de los informes de ensayo y certificados de calibración, las revisiones por la dirección y las auditorías internas o externas.</p> <p>4.9.2 Cuando la evaluación indique que el trabajo no conforme podría volver a ocurrir o existen dudas sobre el cumplimiento de las operaciones del laboratorio con sus propias políticas y procedimientos, deben seguir con prontitud los procedimientos de acciones correctivas indicados en el numeral 4.11.</p> <p>4.10 Mejora</p> <p>El laboratorio debe mejorar continuamente la efectividad de su sistema de gestión mediante el uso de la política de la calidad, los objetivos de la calidad, los resultados de las auditorías, el análisis de los datos, las acciones correctivas y preventivas y las revisiones por la dirección.</p> <p>4.11 Acciones correctivas</p> <p>4.11.1 Generalidades</p> <p>El laboratorio debe establecer una política y un procedimiento para la implementación de acciones correctivas cuando se haya identificado un trabajo no conforme o desvíos de las políticas y procedimientos del sistema de gestión o de las operaciones técnicas, y debe designar personas apropiadamente autorizadas para implementarlas.</p> <p>NOTA Un problema en el sistema de gestión o en las operaciones técnicas del laboratorio puede ser identificado a través de diferentes actividades, tales como el control de los trabajos no conformes, las auditorías internas o externas, las revisiones por la dirección, la retroalimentación de los clientes y las observaciones del personal.</p> <p>4.11.2 Análisis de las causas</p> <p>El procesamiento de acciones correctivas debe comenzar con una investigación para determinar la o las causas que originaron el problema.</p> <p>NOTA El análisis de las causas es la parte más importante; a veces, la más difícil en el procedimiento de acciones correctivas. Frecuentemente, el origen del problema no es evidente y por lo tanto se requiere un análisis cuidadoso de todas las causas potenciales del mismo. Las causas potenciales podrían incluir los</p>
--	--

C O N T I N U A

C O N T I N U A

<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">16/288</p> <p>NOTA Los registros pueden estar en cualquier medio, tal como papel o medio electrónico.</p> <p>4.13.1.3 Todos los registros se deben mantener seguros y en confidencialidad.</p> <p>4.13.1.4 El laboratorio debe tener procedimientos para proteger y respaldar los registros almacenados electrónicamente y para prevenir el acceso no autorizado o la modificación de dichos registros.</p> <p>4.13.2 Registros técnicos</p> <p>4.13.2.1 El laboratorio debe retener, por un periodo determinado, los registros de las observaciones originales, de los datos derivados y de la información suficiente para establecer un camino a seguir para la auditoría, los registros de calibración, los registros del personal y una copia de cada informe de ensayo o certificado de calibración emitido. Los registros correspondientes a cada ensayo o calibración deben contener suficiente información para rastrear, cuando sea posible, la identificación de los datos, los procedimientos de ensayo o calibración, los métodos de medición y los métodos de verificación, así como los datos de ensayo o calibración bajo condiciones lo más cercanas posible a las originales. Los registros deben incluir la identidad del personal responsable del muestreo, de la realización de cada ensayo o calibración y de la verificación de los resultados.</p> <p>NOTA 1 En ciertos campos puede ser imposible o no práctico retener los registros de todas las observaciones originales.</p> <p>NOTA 2 Los registros técnicos son una acumulación de datos (véase 5.4.7) e información resultante de la realización de los ensayos o de las calibraciones, que indican si se alcanzan la calidad o los parámetros de desempeño requeridos. Los registros técnicos pueden incluir los métodos de trabajo, los datos de verificación, notas de trabajo, gráficos de control, informes de ensayo y certificados de calibración, exámenes e informes, notas, publicaciones y retroalimentación de los clientes.</p> <p>4.13.2.2 Las observaciones, los datos y los cálculos deben ser registrados al momento que son realizados y deben estar identificados con la tarea específica.</p> <p>4.13.2.3 Cuando ocurran errores en los registros, cada error debe ser tachado, no debe ser borrado, hecho ilegible ni eliminado, y el valor correcto debe ser escrito al margen. Todas estas acciones deben ser documentadas y los registros deben estar disponibles para cualquier verificación. En el caso de los registros guardados electrónicamente, se deben tomar medidas equivalentes para evitar pérdidas o cambio de los datos originales.</p> <p>4.14 Auditorías Internas</p> <p>4.14.1 El laboratorio debe efectuar periódicamente, de acuerdo con un calendario y un procedimiento pre-determinado, auditorías internas de sus actividades para verificar que sus operaciones continúan cumpliendo con los requisitos del sistema de gestión y de esta Norma. El programa de auditoría interna debe considerar todos los elementos del sistema de gestión, incluidas las actividades de calibración y ensayo. Las auditorías internas deben ser efectuadas por personal capacitado y calificado, quien será, siempre que los recursos lo permitan, independiente de la actividad a ser auditada.</p> <p>NOTA Normalmente, el ciclo de la auditoría interna debería ser completado en un año.</p> <p>4.14.2 Cuando los hallazgos de las auditorías pongan en duda la efectividad de las operaciones o la exactitud o validez de los resultados de los ensayos o de las calibraciones del laboratorio, éste debe tomar las acciones correctivas oportunas y, si las investigaciones revelaran que los resultados del laboratorio pueden haber sido afectados, debe notificarlo por escrito a los clientes.</p>	<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">15/338</p> <p>requisitos del cliente, las muestras, las especificaciones relativas a las muestras, los métodos y procedimientos, las habilidades y la formación del personal, los materiales consumibles o los equipos y su calibración.</p> <p>4.11.3 Selección e implementación de las acciones correctivas</p> <p>Cuando se necesite una acción correctiva, el laboratorio debe identificar las acciones correctivas posibles. Debe seleccionar e implementar la o las acciones con mayor posibilidad de eliminar el problema y prevenir que vuelva a ocurrir.</p> <p>Las acciones correctivas deben corresponder a la magnitud del problema y sus riesgos.</p> <p>El laboratorio debe documentar e implementar cualquier cambio necesario que resulte de las investigaciones de las acciones correctivas.</p> <p>4.11.4 Monitoreación de las acciones correctivas</p> <p>El laboratorio debe monitorear los resultados para asegurar que las acciones correctivas implementadas hayan sido efectivas.</p> <p>4.11.5 Auditorías adicionales</p> <p>Cuando la identificación de no conformidades o desvíos ponga en duda el cumplimiento del laboratorio con sus propios procedimientos, o el cumplimiento con esta Norma, el laboratorio debe asegurar que los correspondientes sectores de actividades sean auditados, según el numeral 4.14, tan pronto como sea posible.</p> <p>NOTA Todas auditorías adicionales frecuentemente siguen a la implementación de las acciones correctivas para confirmar su efectividad. Una auditoría adicional solamente debería ser necesaria cuando se identifique un problema serio o un riesgo para el negocio.</p> <p>4.12 Acciones preventivas</p> <p>4.12.1 Se deben identificar las mejoras necesarias y las fuentes potenciales de no conformidades, ya sean técnicas o concernientes al sistema de gestión. Cuando se identifiquen oportunidades de mejora o si se requiere una acción preventiva, se deben desarrollar, implementar y monitorear los planes de acción, a fin de reducir la probabilidad de ocurrencia de dichas no conformidades y aprovechar las oportunidades de mejora.</p> <p>4.12.2 Los procedimientos para las acciones preventivas deben incluir la iniciación de dichas acciones y la aplicación de controles para asegurar que sean efectivas.</p> <p>NOTA 1 La acción preventiva es un proceso proactivo destinado a identificar oportunidades de mejora, más que una reacción destinada a identificar problemas o quejas.</p> <p>NOTA 2 Abate de la revisión de los procedimientos operacionales, la acción preventiva podría incluir el análisis de datos, titulado el análisis de tendencias y de riesgos, y de los resultados de los ensayos de aptitud.</p> <p>4.13 Control de los registros</p> <p>4.13.1 Generalidades</p> <p>4.13.1.1 El laboratorio debe establecer y mantener procedimientos para la identificación, la recopilación, la codificación, el acceso, el archivo, el almacenamiento, el mantenimiento y la disposición de los registros de la calidad y los registros técnicos. Los registros de la calidad deben incluir los informes de las auditorías internas y de las revisiones por la dirección, así como los registros de las acciones correctivas y preventivas.</p> <p>4.13.1.2 Todos los registros deben ser legibles y se deben almacenar y conservar de modo que permitan el acceso a los datos de los registros de la calidad y los registros técnicos. Debe prevenirse la pérdida de los datos, el deterioro y las pérdidas. Se debe establecer el tiempo de retención de los registros.</p>
--	---

C O N T I N U A

C O N T I N U A

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">17/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>4.14.3 El área de actividad auditada, los hallazgos de la auditoría y las acciones correctivas que surjan de ellos deben ser registrados.</p> <p>4.14.4 Las actividades de la auditoría de seguimiento deben verificar y registrar la implementación y efectividad de las acciones correctivas tomadas.</p> <p>4.15 Revisiones por la dirección</p> <p>4.15.1 La alta dirección del laboratorio debe efectuar periódicamente, de acuerdo con un calendario y un procedimiento predefinidos, una revisión del sistema de gestión de las actividades de ensayo o de calibración del laboratorio, para asegurar su continua adecuación y efectividad, y para introducir los cambios o mejoras necesarios. La revisión debe tomar en cuenta:</p> <ul style="list-style-type: none"> — la adecuación de las políticas y los procedimientos; — los informes del personal directivo y de supervisión; — el resultado de las auditorías internas recientes; — las acciones correctivas y preventivas; — las evaluaciones por organismos externos; — los resultados de las comparaciones interlaboratorios o de los ensayos de aptitud; — los cambios en el volumen y el tipo de trabajo; — la retroalimentación del cliente; — las quejas; — las recomendaciones para la mejora; — otros factores pertinentes, tales como las actividades del control de la calidad, los recursos y la formación del personal. <p>NOTA 1 Un periodo típico para efectuar una revisión por la dirección es una vez cada 12 meses.</p> <p>NOTA 2 Los resultados deberán alimentar el sistema de planificación del laboratorio e incluir las metas, los objetivos y los planes de acción para el año venidero.</p> <p>NOTA 3 Una revisión por la dirección incluye la consideración de asuntos relacionados en las reuniones regulares de la dirección.</p> <p>4.15.2 Los hallazgos de las revisiones por la dirección y las acciones que surjan de ellas deben ser registradas. La dirección debe asegurar que esas acciones sean realizadas dentro de un plazo apropiado y acordado.</p> <p>5 Requisitos técnicos</p> <p>5.1 Generalidades</p> <p>5.1.1 Muchos factores determinan la exactitud y la confiabilidad de los ensayos o de las calibraciones realizados por un laboratorio. Estos factores incluyen elementos provenientes de:</p> <ul style="list-style-type: none"> — los factores humanos (5.2); 	<p style="text-align: center;">18/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <ul style="list-style-type: none"> — las instalaciones y las condiciones ambientales (5.3); — los métodos de ensayo y de calibración, y la validación de los métodos (5.4); — los equipos (5.5); — la trazabilidad de las mediciones (5.6); — el muestreo (5.7); — el manejo de los objetos a ensayar o a calibrar (5.8). <p>5.1.2 El grado en el que los factores contribuyen a la incertidumbre total de la medición difiere considerablemente según los ensayos (y los tipos de ensayo) y las calibraciones (y los tipos de calibración). El personal responsable de la dirección debe evaluar los factores que afectan a los procedimientos de ensayo y de calibración, en la formación y la cualificación del personal, así como en la selección y la calibración de los equipos que se utilizan.</p> <p>5.2 Personal</p> <p>5.2.1 La dirección del laboratorio debe asegurar la competencia de quienes operan los equipos específicos, realizan los ensayos o las calibraciones, evalúan los resultados y firman los informes de ensayo y los certificados de calibración. Al emplear personal en formación, se debe proveer una supervisión apropiada. El personal que realiza tareas específicas debe estar calificado sobre la base de la educación, formación y experiencia apropiadas, así como de habilidades demostradas, según sea requerido.</p> <p>NOTA 1 En algunas áreas críticas (por ejemplo, los ensayos no destructivos), se puede requerir que el personal que realiza ciertas tareas posea una certificación de personal. El laboratorio es responsable del cumplimiento de los requisitos de formación y experiencia. Los requisitos de formación y experiencia de personal pueden ser regulatorios, estar incluidos en las normas para el campo técnico específico, o ser requeridos por el cliente.</p> <p>NOTA 2 Además de las calificaciones, la formación y la experiencia apropiadas, y del conocimiento del campo técnico, el personal responsable de las opciones e interpretaciones incluidas en las normas de ensayo también deberá tener:</p> <ul style="list-style-type: none"> — el conocimiento pertinente de la tecnología utilizada para la producción de los objetos, materiales, productos, etc. ensayados, o la forma en que éstos son utilizados o se pretenden utilizar, y de los defectos o las degradaciones que puedan ocurrir cuando están en uso; — el conocimiento de los requisitos generales contenidos en la legislación y las normas; y — la comprensión de la importancia de las desviaciones encontradas con respecto al uso normal de los objetos, materiales, productos, etc. concernientes. <p>5.2.2 La dirección del laboratorio debe formular las metas con respecto a la educación, formación y habilidades del personal del laboratorio. El laboratorio debe tener una política y procedimientos para la educación, formación y habilidades del personal que aseguren que el personal responsable de las acciones debe ser pertinente a las tareas presentes y futuras del laboratorio. Se debe evaluar la efectividad de las acciones tomadas en cuanto a la formación.</p> <p style="text-align: right;">C O N T I N U A</p>
--	--

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">19/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>5.2.3 El laboratorio debe utilizar personal que sea empleado, o esté bajo contrato, del laboratorio. Cuando se emplee personal técnico, contratado y adicional, y de apoyo clave, el laboratorio debe asegurar que dicho personal sea supervisado y competente, y que trabaje de acuerdo con el sistema de gestión del laboratorio.</p> <p>5.2.4 El laboratorio debe mantener actualizadas las descripciones de los puestos de trabajo del personal administrativo, técnico y de apoyo clave involucrado en los ensayos o en las calibraciones.</p> <p>NOTA. Las descripciones de los puestos de trabajo pueden ser definidas de muchas maneras. Como mínimo, se debería definir lo siguiente:</p> <ul style="list-style-type: none"> — las responsabilidades con respecto a la ejecución de los ensayos o de las calibraciones; — las responsabilidades con respecto a la planificación de los ensayos o de las calibraciones y a la evaluación de los resultados; — las responsabilidades para informar las opciones e interpretaciones; — las responsabilidades con respecto a la modificación de los métodos y al desarrollo y la validación de nuevos métodos; — la experiencia y experiencia requeridas; — las calificaciones y los programas de formación; — las obligaciones administrativas. <p>5.2.5 La dirección debe autorizar personal específico para ejecutar tipos particulares de muestreo, de ensayo o de calibración, emitir informes de ensayo y certificados de calibración, dar opiniones e interpretaciones y operar tipos particulares de equipo. El laboratorio debe mantener registros de las autorizaciones pertinentes, la competencia, las calificaciones educativas y profesionales, la formación, las habilidades y la experiencia de todo el personal técnico, incluido el personal que realiza las actividades de muestreo, de ensayo o de calibración, y que está permanentemente disponible y debe incluir la fecha en la que la autorización o la competencia es confirmada.</p> <p>5.3 Instalaciones y condiciones ambientales</p> <p>5.3.1 Las instalaciones de laboratorio para realizar los ensayos o las calibraciones, incluidas pero no limitadas a, las fuentes de energía, la iluminación y las condiciones ambientales, deben facilitar la ejecución correcta de los ensayos o de las calibraciones.</p> <p>El laboratorio debe asegurar que las condiciones ambientales no invaliden los resultados o afecten la validez de los ensayos o las calibraciones de ejecución en sitios distintos a las instalaciones permanentes del laboratorio. Los requisitos técnicos para las instalaciones y las condiciones ambientales que puedan afectar a los resultados de los ensayos y de las calibraciones deben estar documentados.</p> <p>5.3.2 El laboratorio debe monitorizar, controlar y registrar las condiciones ambientales según lo requieran las especificaciones, los métodos y los procedimientos pertinentes, o cuando estas condiciones influyan en la calidad de los resultados. Se debe prestar la debida atención, por ejemplo, a la estabilidad biológica, el polvo, la interferencia electromagnética, la radiación, la humedad, el ruido ambiental, la temperatura, los niveles de ruido y vibración, en uno de las actividades técnicas esenciales. Cuando se monitoree y registre, los datos deben ser válidos para los ensayos o de las calibraciones, estos deben ser almacenados.</p>	<p style="text-align: center;">20/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>5.3.3 Debe haber una separación efectiva entre las áreas vecinas en las que se realicen actividades incompatibles. Se deben tomar medidas para prevenir la contaminación cruzada.</p> <p>5.3.4 Se debe controlar el acceso y el uso de las áreas que afectan la calidad de los ensayos o de las calibraciones. El laboratorio debe determinar el grado de control en función de sus circunstancias particulares.</p> <p>5.3.5 Se deben tomar medidas para asegurar el orden y la limpieza en el laboratorio. Cuando sean necesarios, se deben preparar procedimientos especiales.</p> <p>5.4 Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos</p> <p>5.4.1 Generalidades</p> <p>El laboratorio debe aplicar métodos y procedimientos apropiados para todos los ensayos o las calibraciones dentro de su alcance. Estos incluyen el muestreo, manejo, transporte, almacenamiento y transporte de los ensayos o de las calibraciones, así como las técnicas estadísticas para el análisis de los datos de los ensayos o de las calibraciones.</p> <p>El laboratorio debe tener instrucciones para el uso y la operación de todo el equipo pertinente, y para el manejo y la preparación de los objetos a ensayar o calibrar, o ambos, cuando la ausencia de tales instrucciones podría poner en riesgo los resultados de los ensayos o de las calibraciones. Todos los procedimientos, métodos y técnicas deben estar documentados y actualizados. Los procedimientos se deben mantener actualizados y fácilmente disponibles para el personal (véase 4.3). Una desviación respecto a los métodos de ensayo y de calibración se dará solamente si ha sido documentada, justificada técnicamente, autorizada y aceptada por el cliente.</p> <p>NOTA. No es necesario asesorar o responder como procedimientos internos las normas internacionales, regionales o nacionales que sean aplicables a los ensayos o las calibraciones. Sin embargo, cuando se aplican sobre como ejecutar los ensayos o las calibraciones, si dichas normas están redactadas de forma tal que puedan ser utilizadas, como fueron publicadas, por el personal operativo de un laboratorio, puede ser necesario proveer documentación adicional para los pasos operativos del método o para los detalles complementarios.</p> <p>5.4.2 Selección de los métodos</p> <p>El laboratorio debe utilizar los métodos de ensayo o de calibración, incluidos los de muestreo, que satisfagan las necesidades del cliente y sean apropiados para los ensayos o las calibraciones que realiza. Se deben utilizar preferentemente los métodos publicados en normas internacionales, regionales o nacionales. El laboratorio debe asegurar que utiliza la última edición de la norma, a menos que esto no sea apropiado o posible. Cuando sea necesario, la norma debe ser suplementada con detalles adicionales para asegurar que su aplicación sea consistente.</p> <p>Cuando el cliente no especifique el método a utilizar, el laboratorio debe seleccionar los métodos apropiados que hayan sido publicados en normas internacionales, regionales o nacionales, o por organizaciones técnicas reconocidas, o en libros o revistas científicas pertinentes, o que hayan sido especificados por el fabricante del equipo. También se pueden utilizar los métodos desarrollados o los especificados por el laboratorio, si son apropiados para el uso previsto y si han sido validados. El cliente debe estar informado de los métodos que se utilizarán y de las condiciones de aplicación. Cuando sea adecuado, los métodos normalizados antes de ofrecer los ensayos o las calibraciones. Si el método normalizado cambia, se debe repetir la confirmación.</p> <p>El laboratorio debe informar al cliente si el método por el propuesto es considerado inapropiado o desactualizado.</p>
<p style="text-align: center;">19/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>5.3.2 El laboratorio debe monitorizar, controlar y registrar las condiciones ambientales según lo requieran las especificaciones, los métodos y los procedimientos pertinentes, o cuando estas condiciones influyan en la calidad de los resultados. Se debe prestar la debida atención, por ejemplo, a la estabilidad biológica, el polvo, la interferencia electromagnética, la radiación, la humedad, el ruido ambiental, la temperatura, los niveles de ruido y vibración, en uno de las actividades técnicas esenciales. Cuando se monitoree y registre, los datos deben ser válidos para los ensayos o de las calibraciones, estos deben ser almacenados.</p>	<p style="text-align: center;">20/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>5.3.3 Debe haber una separación efectiva entre las áreas vecinas en las que se realicen actividades incompatibles. Se deben tomar medidas para prevenir la contaminación cruzada.</p> <p>5.3.4 Se debe controlar el acceso y el uso de las áreas que afectan la calidad de los ensayos o de las calibraciones. El laboratorio debe determinar el grado de control en función de sus circunstancias particulares.</p> <p>5.3.5 Se deben tomar medidas para asegurar el orden y la limpieza en el laboratorio. Cuando sean necesarios, se deben preparar procedimientos especiales.</p> <p>5.4 Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos</p> <p>5.4.1 Generalidades</p> <p>El laboratorio debe aplicar métodos y procedimientos apropiados para todos los ensayos o las calibraciones dentro de su alcance. Estos incluyen el muestreo, manejo, transporte, almacenamiento y transporte de los ensayos o de las calibraciones, así como las técnicas estadísticas para el análisis de los datos de los ensayos o de las calibraciones.</p> <p>El laboratorio debe tener instrucciones para el uso y la operación de todo el equipo pertinente, y para el manejo y la preparación de los objetos a ensayar o calibrar, o ambos, cuando la ausencia de tales instrucciones podría poner en riesgo los resultados de los ensayos o de las calibraciones. Todos los procedimientos, métodos y técnicas deben estar documentados y actualizados. Los procedimientos se deben mantener actualizados y fácilmente disponibles para el personal (véase 4.3). Una desviación respecto a los métodos de ensayo y de calibración se dará solamente si ha sido documentada, justificada técnicamente, autorizada y aceptada por el cliente.</p> <p>NOTA. No es necesario asesorar o responder como procedimientos internos las normas internacionales, regionales o nacionales que sean aplicables a los ensayos o las calibraciones. Sin embargo, cuando se aplican sobre como ejecutar los ensayos o las calibraciones, si dichas normas están redactadas de forma tal que puedan ser utilizadas, como fueron publicadas, por el personal operativo de un laboratorio, puede ser necesario proveer documentación adicional para los pasos operativos del método o para los detalles complementarios.</p> <p>5.4.2 Selección de los métodos</p> <p>El laboratorio debe utilizar los métodos de ensayo o de calibración, incluidos los de muestreo, que satisfagan las necesidades del cliente y sean apropiados para los ensayos o las calibraciones que realiza. Se deben utilizar preferentemente los métodos publicados en normas internacionales, regionales o nacionales. El laboratorio debe asegurar que utiliza la última edición de la norma, a menos que esto no sea apropiado o posible. Cuando sea necesario, la norma debe ser suplementada con detalles adicionales para asegurar que su aplicación sea consistente.</p> <p>Cuando el cliente no especifique el método a utilizar, el laboratorio debe seleccionar los métodos apropiados que hayan sido publicados en normas internacionales, regionales o nacionales, o por organizaciones técnicas reconocidas, o en libros o revistas científicas pertinentes, o que hayan sido especificados por el fabricante del equipo. También se pueden utilizar los métodos desarrollados o los especificados por el laboratorio, si son apropiados para el uso previsto y si han sido validados. El cliente debe estar informado de los métodos que se utilizarán y de las condiciones de aplicación. Cuando sea adecuado, los métodos normalizados antes de ofrecer los ensayos o las calibraciones. Si el método normalizado cambia, se debe repetir la confirmación.</p> <p>El laboratorio debe informar al cliente si el método por el propuesto es considerado inapropiado o desactualizado.</p>

CONTINUA

CONTINUA

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">21/038</p> <p>5.4.3 Métodos desarrollados por el laboratorio</p> <p>La introducción de métodos de ensayo y de calibración desarrollados por el laboratorio para su uso propio debe ser una actividad planificada y asignada a personal calificado, provisto de los recursos asociados.</p> <p>Los planes deben ser actualizados a medida que avanza el desarrollo y se debe asegurar una comunicación efectiva entre todo el personal involucrado.</p> <p>5.4.4 Métodos no normalizados</p> <p>Cuando sea necesario utilizar métodos no normalizados, estos deben estar sujetos a acuerdo con el cliente antes de ser utilizados. El método desarrollado debe haber sido validado adecuadamente antes de su utilización.</p> <p>Para los métodos de ensayo o de calibración nuevos se deberán desarrollar procedimientos antes de ser aplicados y las calibraciones sean efectuadas, y éstos deberán contener, por lo menos, la siguiente información:</p> <ol style="list-style-type: none"> una identificación apropiada; el alcance; la descripción del tipo de objeto a ensayar o a calibrar; los parámetros o las magnitudes a ser determinados, y los rangos correspondientes; los aparatos y equipos, incluidos los requisitos técnicos de desempeño; los patrones de referencia y los materiales de referencia requeridos; las condiciones ambientales requeridas y cualquier período de estabilización que sea necesario; la descripción del procedimiento, incluyendo <ul style="list-style-type: none"> — la selección de las marcas de identificación, el manejo, el transporte, el almacenamiento y la preparación de los objetos a ensayar o a calibrar; — las verificaciones a realizar antes de comenzar el trabajo; — las verificaciones del funcionamiento apropiado del equipo y, cuando sea requerida, su calibración y ajuste antes de cada uso; — el método de registro de las observaciones y los resultados; — las medidas de seguridad a observar; — los criterios o requisitos para la aprobación o el rechazo; — los datos a ser registrados y el método de análisis y presentación; — los incertidumbres o el procedimiento para estimarlas. <p>5.4.5 Validación de los métodos</p> <p>5.4.5.1 La validación es la confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto.</p> <p>5.4.5.2 El laboratorio debe validar los métodos no normalizados, los métodos que diseñó o desarrolló, los métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, así como las</p>	<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">22/038</p> <p>ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados, para confirmar que los métodos son aptos para el uso previsto. La validación debe ser tan amplia como sea necesario para satisfacer las necesidades de la aplicación o del campo de aplicación dado. El laboratorio debe registrar los datos de desempeño obtenidos y el método utilizado para la validación y una declaración acerca de si el método es apto para el uso previsto.</p> <p>NOTA 1 La validación puede incluir los procedimientos para el muestreo, manejo y transporte.</p> <p>NOTA 2 Las lecturas usadas para la determinación del desempeño de un método deberán ser una, o una combinación, de las siguientes:</p> <ul style="list-style-type: none"> — la calibración utilizando patrones de referencia o materiales de referencia; — la comparación con resultados obtenidos por otros métodos; — las comparaciones interlaboratorios; — la evaluación sistemática de los factores que influyen en el resultado; — la evaluación de la incertidumbre de los resultados basada en el conocimiento científico de los principios técnicos del método y en la experiencia práctica. <p>NOTA 3 Cuando se introduzca algún cambio en los métodos no normalizados, validados, la influencia de tales cambios deberá ser documentada y, cuando sea apropiado, una nueva validación deberá ser realizada.</p> <p>5.4.5.3 El rango y la exactitud de los valores que se pueden obtener empleando métodos validados (por ejemplo, la incertidumbre de los resultados, el límite de detección, la selectividad del método, la linealidad, el límite de repetibilidad o de reproducibilidad, la robustez ante influencias externas o la sensibilidad cruzada frente a las interferencias provenientes de la matriz de la muestra o del objeto a ensayar) así como fueron determinados para el uso previsto, deben ser pertinentes a las necesidades de los clientes.</p> <p>NOTA 1 La validación incluye la especificación de los requisitos, la determinación de las características (los parámetros de desempeño) de los métodos, una verificación de que los requisitos pueden ser cumplidos al utilizar el método, y una declaración sobre la validez.</p> <p>NOTA 2 A medida que se desarrolla el método, se deberán realizar revisiones periódicas para verificar que las necesidades del cliente siguen siendo cumplidas. Cualquier cambio en los requisitos que requiera modificaciones en el plan de desarrollo deberá ser aprobado y autorizado.</p> <p>NOTA 3 La validación es siempre un equilibrio entre los costos, los riesgos y las posibilidades técnicas. Por lo tanto, la validación debe ser realizada en el nivel de detalle apropiado para el uso previsto. El límite de decisión, la selectividad, la linealidad, la reproducibilidad, la robustez y la sensibilidad cruzada solo pueden ser dadas en forma simplificada debido a la falta de información.</p> <p>5.4.6 Estimación de la incertidumbre de la medición</p> <p>5.4.6.1 Un laboratorio de calibración, o un laboratorio de ensayo que realiza sus propias calibraciones, debe tener y debe aplicar un procedimiento para estimar la incertidumbre de la medición para todas las calibraciones y todos los tipos de calibraciones.</p> <p>5.4.6.2 Los laboratorios de ensayo deben tener y deben aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre de la medición. En algunos casos, la naturaleza del método de ensayo puede excluir un cálculo riguroso, metodológicamente y estadísticamente válido, de la incertidumbre de medición. En estos casos el laboratorio debe, por lo menos, tratar de identificar todos los componentes de la incertidumbre, hacer una estimación razonable de cada uno de ellos, y debe asegurar que el método de estimación utilizado es apropiado para el uso previsto. El laboratorio debe establecer procedimientos para basar en un conocimiento del desempeño del método y en el alcance de la medición y debe hacer uso, por ejemplo, de la experiencia adquirida y de los datos de validación anteriores.</p>
---	---

CONTINUA

CONTINUA

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">23/38</p> <p>NOTA 1 El grado de rigor necesario en una estimación de la incertidumbre de la medición depende de factores tales como:</p> <ul style="list-style-type: none"> — los requisitos del método de ensayo; — los requisitos del cliente; — la existencia de límites estrechos en los que se basan las decisiones sobre la conformidad con una especificación. <p>NOTA 2 En aquellos casos en los que un método de ensayo reconocido específicamente limita para los valores de las principales fuentes de incertidumbre de la medición y especifica la forma de presentación de los resultados calculados, se considera que el laboratorio ha satisfecho este requisito si sigue el método de ensayo y las instrucciones para informar los resultados (véase 5.10).</p> <p>5.4.6.3 Cuando se estima la incertidumbre de la medición, se deben tener en cuenta todos los componentes de la incertidumbre que sean de importancia en la situación dada, utilizando métodos de análisis apropiados.</p> <p>NOTA 1 Las fuentes que contribuyen a la incertidumbre incluyen, pero no se limitan necesariamente, a los patrones de referencia y los métodos de referencia utilizados, los métodos y equipos utilizados, las condiciones ambientales, las propiedades y la condición del objeto sometido a ensayo o a la calibración, y el operador.</p> <p>NOTA 2 Normalmente, el comportamiento del objeto ensayado o calibrado, previsto a largo plazo, no se tiene en cuenta cuando se estima la incertidumbre de la medición.</p> <p>NOTA 3 Para mayor información consúltese la Norma ISO 5725 y la Guía para la Expresión de la Incertidumbre en la Medición (véase la Bibliografía).</p> <p>5.4.7 Control de los datos</p> <p>5.4.7.1 Los cálculos y la transferencia de los datos deben estar sujetos a verificaciones apropiadas llevadas a cabo de una manera sistemática.</p> <p>5.4.7.2 Cuando se utilizan computadoras o equipos automatizados para la adquisición, el procesamiento, registro, informe, almacenamiento o la recuperación de los datos de ensayo o de calibración, el laboratorio debe asegurar que:</p> <ol style="list-style-type: none"> a) el software de la computadora desarrollado por el usuario esté documentado con el detalle suficiente y haya sido debidamente validado, a modo que sea adecuado para el uso; b) se establecen e implementan los procedimientos para proteger los datos; tales procedimientos deben incluir, pero no limitarse a, la integridad y confiabilidad del ingreso o la recuperación de los datos, su almacenamiento, transmisión y procesamiento; c) las computadoras y los equipos automatizados reciben mantenimiento para asegurar su funcionamiento apropiado, y son provistos con las condiciones ambientales y operacionales necesarias para mantener la integridad de los datos de ensayo y de calibración. <p>NOTA. El software comercial (por ejemplo, un procesador de palabras, una base de datos y los programas estadísticos) de uso generalizado en el campo de aplicación para el cual fue diseñado, se puede considerar suficientemente validado. Sin embargo, la configuración y las modificaciones del software del laboratorio deberían ser validadas como se indica en 5.4.7.2 a.</p> <p>5.5 Equipos</p> <p>5.5.1 El laboratorio debe estar provisto con todos los componentes de los equipos para el muestreo, la medición y el ensayo requeridos para la ejecución correcta de los ensayos o de las calibraciones (incluido el muestreo, la preparación de los objetos a ensayar o a calibrar y el procesamiento y</p>	<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">24/38</p> <p>análisis de los datos de ensayo o de calibración). En aquellos casos en los que se necesite utilizar equipos que estén fuera del control permanente del laboratorio, éste debe asegurar que se cumplan los requisitos de esta Norma.</p> <p>5.5.2 El equipo y el software utilizado 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 clave de los instrumentos, cuando dichas propiedades afecten significativamente a los resultados. Antes de poner en servicio un equipo (incluido el utilizado para el muestreo) debe ser calibrado o verificado con el fin de establecer que satisface los requisitos especificados del laboratorio y cumple con las especificaciones normalizadas pertinentes. El equipo debe ser verificado o calibrado antes de su uso (véase 5.6).</p> <p>5.5.3 Los equipos deben ser operados por personal autorizado. Las instrucciones, actualizadas sobre el uso y el mantenimiento de los equipos (incluido cualquier manual pertinente suministrado por el fabricante del equipo) deben estar fácilmente disponibles para ser utilizadas por el personal apropiado del laboratorio.</p> <p>5.5.4 Cada componente del equipo y su software utilizado para los ensayos y las calibraciones, que sea importante para el resultado, debe ser identificado de forma única, cuando sea factible.</p> <p>5.5.5 Se deben mantener registros de cada componente del equipo y el software que sea importante para la ejecución de los ensayos o de las calibraciones. Los registros deben incluir por lo menos lo siguiente:</p> <ol style="list-style-type: none"> a) la identificación de cada componente del equipo y su software; b) el nombre del fabricante, la identificación del tipo y modelo, el número de serie u otra identificación única; c) las verificaciones de que el equipo cumple con la especificación (véase 5.5.2); d) la ubicación actual, cuando sea apropiado; e) las instrucciones del fabricante, si están disponibles, o la referencia a su ubicación; f) las 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 límite para la siguiente calibración; g) el plan de mantenimiento, cuando sea apropiado, y el mantenimiento llevado a cabo hasta la fecha; h) cualquier daño, mal funcionamiento, modificación o reparación del equipo. <p>5.5.6 El laboratorio debe tener procedimientos para el manejo seguro, el transporte, almacenamiento, uso y mantenimiento planificado de los equipos de medición con el fin de asegurar el funcionamiento apropiado y de prevenir la contaminación o el deterioro.</p> <p>NOTA. Pueden ser necesarios procedimientos adicionales cuando los equipos de medición se utilicen fuera de las instalaciones permanentes del laboratorio para los ensayos, las calibraciones o el muestreo.</p> <p>5.5.7 Los equipos que hayan sido sometidos a una sobrecarga o a un maltrato, que den resultados dudosos, o se haya demostrado que están defectuosos o que están fuera de los límites especificados, deben ser puestos fuera de servicio. Estos equipos se deben aislar para prevenir su</p> <p style="text-align: center;">C O N T I N U A</p>
--	--

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">2538</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>uso o se deben rotular o marcar claramente como que están fuera de servicio hasta que hayan sido reparados y se haya demostrado por calibración o por ensayo que funcionan correctamente. El laboratorio debe examinar el efecto del defecto o la desviación de los límites especificados en los ensayos o las calibraciones anteriores y debe aplicar el procedimiento de "control del trabajo no conforme" (véase 4.9).</p> <p>5.5.8 Cuando sea factible, todos los equipos bajo el control del laboratorio que requieren una calibración, deben ser revisados, controlados o identificados de alguna manera para indicar el estado de calibración, incluida la fecha en la que fueron calibrados por última vez y su fecha o criterio de vencimiento para recalibración.</p> <p>5.5.9 Cuando, por cualquier razón, el equipo quede fuera del control directo del laboratorio, este debe asegurarse que el funcionamiento y el estado de calibración del equipo sean verificados y muestren ser satisfactorios, antes de volver a ser puesto en uso.</p> <p>5.5.10 Cuando se necesiten verificaciones inmediatas para mantener la confianza en el estado de calibración de los equipos, éstas se deben efectuar según un procedimiento definido.</p> <p>5.5.11 Cuando las calibraciones den lugar a un conjunto de factores de corrección, el laboratorio debe tener procedimientos para asegurar que las copias (por ejemplo, en el software de la computadora), se actualizan correctamente.</p> <p>5.5.12 Se deben proteger los equipos de ensayo y de calibración, tanto el hardware como el software, contra ajustes que pudieran invalidar los resultados de los ensayos o de las calibraciones.</p> <p>5.6 Trazabilidad de la medición</p> <p>5.6.1 Generalidades</p> <p>Todos los equipos utilizados para los ensayos o las calibraciones, incluidos los equipos para mediciones auxiliares, por ejemplo, para las condiciones ambientales, que tengan efecto significativo en la exactitud o en la validez del resultado del ensayo, la calibración o el muestreo, deben ser calibrados antes de ser puestos en servicio. El laboratorio debe tener establecido un programa y un procedimiento para la calibración de sus equipos.</p> <p>NOTA. El programa deberá incluir un sistema para seleccionar, utilizar, calibrar, verificar, controlar y mantener los patrones de medición, los materiales de referencia, patrones de medición, y los equipos de ensayo y de medición utilizados para realizar los ensayos y las calibraciones.</p> <p>5.6.2 Requisitos específicos</p> <p>5.6.2.1 Calibración</p> <p>5.6.2.1.1 Para los laboratorios de calibración, el programa de calibración de los equipos debe ser diseñado y operado para asegurar que las calibraciones y las mediciones hechas por el laboratorio sean trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI).</p> <p>El laboratorio de calibración establece la trazabilidad de sus propios patrones de medición e instrumentos de medición al SI por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones o de comparaciones que los vinculan a los patrones primarios permitidos de las unidades de medida del SI. La vinculación a las unidades del SI se puede lograr por referencia a los patrones de medición nacionales. Los patrones de medición nacionales pueden ser patrones primarios, que son realizaciones físicas de unidades del SI, o patrones secundarios, que son patrones calibrados por el Instituto Nacional de Metrología, o pueden ser patrones secundarios, que son patrones calibrados por otro Instituto Nacional de Metrología. Cuando se utilicen servicios de calibración externos, se debe asegurar la trazabilidad de la medición mediante el uso de servicios de calibración proporcionados por</p>	<p style="text-align: center;">2628</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>laboratorios que puedan demostrar su competencia, capacidad de medición y trazabilidad. Los certificados de calibración emitidos por estos laboratorios deben contener los resultados de la medición, incluida la incertidumbre de la medición o una declaración del cumplimiento con una especificación metrológica identificada (véase también 3.10.4.2).</p> <p>NOTA 1 Los laboratorios de calibración que cumplen los requisitos de esta Norma son considerados competentes. Un certificado de calibración que lleve el logotipo de un organismo de acreditación, emitido por un laboratorio de calibración acreditado según esta Norma para la calibración concerniente, es evidencia suficiente de la trazabilidad de los casos de calibración concernientes en el informe.</p> <p>NOTA 2 La trazabilidad a las unidades de medida del SI se puede lograr mediante referencia a un patrón primario apropiado (véase VIM:1993, 6.4) o mediante referencia a una constante natural, cuyo valor en términos de la unidad pertinente del SI es conocido y recomendado por la Conferencia General de Pesas y Medidas (CGPM) y el Comité Internacional de Pesas y Medidas (CIPM).</p> <p>NOTA 3 Los laboratorios de calibración que mantienen su propio patrón primario o la propia representación de las unidades del SI basadas en constantes físicas fundamentales, pueden declarar trazabilidad al SI solo después de haber sido comparados, directa o indirectamente, con otros patrones similares de un Instituto Nacional de Metrología.</p> <p>NOTA 4 El término "especificación metrológica identificada" significa que en el certificado de calibración debe estar claramente indicado contra qué especificación han sido comparadas las mediciones, incluyendo la especificación o suministrando una referencia no ambigua a ella.</p> <p>NOTA 5 Cuando los términos "patrón internacional" o "patrón nacional" son utilizados en conexión con la trazabilidad, se supone que estos patrones cumplen las propiedades de los patrones primarios para la realización de las unidades del SI.</p> <p>NOTA 6 La trazabilidad a patrones de medición nacionales no necesariamente requiere el uso del Instituto Nacional de Metrología del país en el que el laboratorio está ubicado.</p> <p>NOTA 7 Si un laboratorio de calibración desea o necesita obtener trazabilidad de un Instituto Nacional de Metrología, debe demostrar que puede participar en las actividades de la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM), por vía directa o a través de grupos regionales.</p> <p>NOTA 8 La cadena ininterrumpida de calibraciones o comparaciones se puede lograr en varios pasos llevados a cabo por diferentes laboratorios que pueden demostrar la trazabilidad.</p> <p>5.6.2.1.2 Existen ciertas calibraciones que actualmente no se pueden realizar de forma estricta en unidades del SI. En estos casos, la calibración debe proporcionar confianza en las mediciones al establecer la trazabilidad a patrones de medición apropiados por medio del uso de:</p> <ul style="list-style-type: none"> — materiales de referencia certificados, suministrados por un proveedor competente para la caracterización física o química contable de un material; — métodos estandarizados o normas consensuadas, claramente descritos y acordados por todas las partes involucradas. <p>Cuando sea posible, se requiere la participación en un programa adecuado de comparaciones interlaboratorias.</p> <p>5.6.2.2 Ensayos</p> <p>5.6.2.2.1 Para los laboratorios de ensayo, los requisitos dados en 5.6.2.1 se aplican a los equipos de medición y de ensayo con funciones de medición que utiliza, a menos que se haya establecido que la incertidumbre introducida por la calibración contribuye muy poco a la incertidumbre total del resultado de ensayo. Cuando se dé esta situación, el laboratorio debe asegurar que el equipo utilizado puede proveer la incertidumbre de medición requerida.</p>
---	---

C O N T I N U A

C O N T I N U A

<p style="text-align: center;">27/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>NOTA. El grado en el que se debieran seguir los requisitos indicados en 5.6.2.1 depende de la combinación relativa de la importancia de la calibración a la inexactitud total. Si la calibración es el factor dominante, los requisitos deberían ser seguidos estrictamente.</p> <p>5.6.2.2 Cuando la trazabilidad de las mediciones a las unidades del SI no sea posible o pertinente, se deben requerir los mismos requisitos de trazabilidad que para los laboratorios de calibración, por ejemplo, a materiales de referencia certificados, métodos acordados o normas consensuadas (véase 5.6.2.1.2).</p> <p>5.6.3 Patrones de referencia y materiales de referencia</p> <p>5.6.3.1 Patrones de referencia</p> <p>El laboratorio debe tener un programa y un procedimiento para la calibración de sus patrones de referencia. Este programa debe incluir la descripción de los patrones de referencia, su trazabilidad y su exactitud, como se indica en 5.6.2.1. Estos patrones de referencia para la medición, consensuados por el laboratorio, deben ser utilizados solo para la calibración y para ningún otro propósito, a menos que se pueda demostrar que su desempeño como patrones de referencia no sería invalidado. Los patrones de referencia deben ser calibrados antes y después de cualquier ajuste.</p> <p>5.6.3.2 Materiales de referencia</p> <p>Cuando sea posible, los materiales de referencia deben ser trazables a las unidades de medida del SI o a materiales de referencia certificados. Los materiales de referencia internos deben ser verificados en la medida que sea técnica y económicamente factible.</p> <p>5.6.3.3 Verificaciones intermedias</p> <p>Se deben llevar a cabo las verificaciones que sean necesarias para mantener la confianza en el estado de calibración de los patrones de referencia, primarios, de transferencia o de trabajo, y de los materiales de referencia, de acuerdo con los procedimientos y las programaciones definidos.</p> <p>5.6.3.4 Transporte y almacenamiento</p> <p>El laboratorio debe tener procedimientos para el manejo, transporte, almacenamiento y uso seguro de los patrones de referencia y materiales de referencia con el fin de prevenir su contaminación o deterioro y para proteger su integridad.</p> <p>NOTA. Pueden ser necesarios procedimientos adicionales cuando los patrones de referencia y los materiales de referencia son utilizados fuera de las instalaciones permanentes del laboratorio, para los ensayos, las calibraciones o el muestreo.</p> <p>5.7 Muestreo</p> <p>5.7.1 El laboratorio debe tener un plan y procedimientos para el muestreo cuando efectúe el muestreo de sustancias, materiales o productos que luego ensaye o calibre. El plan y el procedimiento para el muestreo deben estar disponibles en el lugar donde se realiza el muestreo. Los procedimientos de muestreo deben tener en cuenta los factores a ser controlados para asegurar la validez de los resultados de ensayo y de calibración.</p> <p>NOTA 1. El muestreo es un procedimiento definido por el cual se toma una parte de una sustancia, un material o un producto. El muestreo puede ser aleatorio o no aleatorio. El muestreo puede ser aleatorio o no aleatorio cuando se realiza por la especificación apropiada según la cual se ensaya o calibra la sustancia o el producto. En algunos casos (por ejemplo, en el análisis forense), la muestra puede no ser representativa, sino estar determinada por su disponibilidad.</p> <p>NOTA 2. Los procedimientos de muestreo deberían describir el plan de muestreo, y la forma de seleccionar,</p>	<p style="text-align: center;">28/38</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>entrar y preparar una o más muestras a partir de una sustancia, un material o un producto, para generar la información requerida.</p> <p>5.7.2 Cuando el cliente requiera descripciones, adicionales o específicas respecto al procedimiento de muestreo documentado, éstas deben ser registradas en detalle junto con los datos del muestreo correspondiente e incluidas en todos los documentos que contengan los resultados de los ensayos o de las calibraciones, y deben ser comunicadas al personal que corresponda.</p> <p>5.7.3 El laboratorio debe tener procedimientos para registrar los datos y las operaciones pertinentes relacionadas con el muestreo que forma parte del ensayo o de la calibración que lleva a cabo. Estos registros deben incluir el procedimiento de muestreo utilizado, la identificación de la persona que muestrea, los métodos utilizados para identificar el lugar del muestreo según sea necesario, el lugar apropiado, los métodos estadísticos en las que se basan los procedimientos de muestreo.</p> <p>5.8 Manejo de los objetos a ensayar y a calibrar</p> <p>5.8.1 El laboratorio debe tener procedimientos para el transporte, la recepción, el manejo, la protección, el almacenamiento, la conservación o la disposición final de los objetos a ensayar o a calibrar, incluidas todas las disposiciones necesarias para proteger la integridad del objeto a ensayar o a calibrar, así como los intereses del laboratorio y del cliente.</p> <p>5.8.2 El laboratorio debe tener un sistema para la identificación de los objetos a ensayar o a calibrar. El sistema debe ser diseñado y operado para que asegure que los objetos no puedan ser confundidos físicamente ni cuando se haga referencia a ellos en registros u otros documentos. Cuando sea apropiado, el sistema debe prever una subdivisión de los objetos en grupos y la transferencia de los objetos dentro y desde el laboratorio.</p> <p>5.8.3 Al recibir el objeto a ensayar o a calibrar, los deben registrar las anomalías o desviaciones en las condiciones, no tales como especificadas, según se describen en el método de ensayo o de calibración. Cuando haya duda respecto a la adecuación de un objeto a ensayar o a calibrar, o cuando un objeto no cumpla con la descripción proporcionada, o el ensayo o la calibración requerido no esté especificado con suficiente detalle, el laboratorio debe consultar al cliente acerca de las instrucciones adicionales antes de proceder y debe registrar la discusión.</p> <p>5.8.4 El laboratorio debe tener procedimientos e instalaciones apropiadas para evitar el riesgo, la pérdida o el daño del objeto a ensayar o a calibrar, durante el almacenamiento, el manejo y la preparación. Se deben seguir las instrucciones de manejo proporcionadas con el objeto. Cuando los objetos deban ser almacenados o acondicionados bajo condiciones ambientales especificadas, éstas deben ser mantenidas, monitorizadas y registradas. Cuando un objeto o una parte de un objeto a ensayar o a calibrar deba mantenerse seguro, el laboratorio debe contar con las indicaciones para el almacenamiento y la seguridad que protejan la condición e integridad del objeto o de las partes de éste.</p> <p>NOTA 1. Cuando los objetos a ensayar tengan que ser usados después del ensayo, se requiere cuidado adicional para asegurar que éstos no se dañen o golpeen durante los procesos de manejo, ensayo, almacenamiento o envío.</p> <p>NOTA 2. A los responsables de tomar y transportar las muestras se les debería proporcionar un procedimiento de muestreo, así como información sobre el almacenamiento y transporte de las muestras, incluida información sobre los factores de muestreo que influyen en el resultado del ensayo o de la calibración.</p> <p>NOTA 3. Los motivos para conservar en forma segura un objeto a ensayar o a calibrar pueden ser por razones de registro, protección o valor, o para permitir realizar ensayos o calibraciones complementarias posteriores.</p>
--	--

C O N T I N U A

C O N T I N U A

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">29038</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTGISO/IEC 17 025</p> <p>5.3 Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y de calibración</p> <p>5.3.1 El laboratorio debe tener procedimientos de control de la calidad para monitorizar la validez de los ensayos y de las calibraciones ejecutados. Los datos resultantes deben ser registrados en forma tal que se puedan detectar las tendencias y, cuando sea factible, se deben aplicar técnicas estadísticas para el análisis de los resultados. La monitorización debe ser planificada y revisada, y puede incluir, pero no estar limitada a, lo siguiente:</p> <ol style="list-style-type: none"> el uso regular de materiales de referencia certificados o un control interno de la calidad por medio de materiales de referencia secundarios; la participación en comparaciones interlaboratorios o programas de ensayos de aptitud; la repetición de los ensayos o de las calibraciones, utilizando el mismo o diferentes métodos; el reensayo o la recalibración de los objetos retenidos; <p>NOTA. Los métodos seleccionados deben ser los apropiados para el tipo y volumen del trabajo realizado.</p> <p>5.3.2 Los datos del control de la calidad deben ser analizados y, cuando se determine que están fuera de los criterios predefinidos, se deben tomar acciones planificadas para corregir el problema y prevenir que se informen resultados incorrectos.</p> <p>5.10 Informe de los resultados</p> <p>5.10.1 Generalidades</p> <p>Los resultados de cada ensayo, calibración o serie de ensayos o de calibraciones efectuados por el laboratorio, deben ser informados con exactitud y de forma clara, no ambigua y objetiva, de acuerdo con las instrucciones específicas de los métodos de ensayo o de calibración.</p> <p>Los resultados deben ser informados, usualmente en un informe de ensayo o un certificado de ensayo, en forma que permita al cliente interpretar los resultados de la calibración, así como toda la información requerida por el método utilizado. Esta información es normalmente la requerida en los numerales 5.10.2 y 5.10.3 o 5.10.4.</p> <p>En el caso de ensayos o de calibraciones realizados para clientes internos, o en el caso de un acuerdo escrito con el cliente, los resultados pueden ser informados en forma simplificada. Cualquier información simplificada debe estar disponible en el laboratorio que efectuó los ensayos o las calibraciones.</p> <p>NOTA 1 Los informes de ensayo y los certificados de calibración a veces se denominan certificados de ensayo e informes de calibración, respectivamente.</p> <p>NOTA 2 Los informes de ensayo o certificados de calibración pueden ser emitidos como copia en papel o por transferencia electrónica de datos, siempre que se cumplan los requisitos de esta Norma.</p> <p>5.10.2 Informes de ensayo y certificados de calibración</p> <p>Cada informe de ensayo o certificado de calibración debe incluir, por lo menos, la siguiente información, salvo que el laboratorio tenga razones válidas para no hacerlo así:</p> <ol style="list-style-type: none"> un título (por ejemplo, "Informe de ensayo" o "Certificado de calibración"); el nombre y la dirección del laboratorio y el lugar donde se realizaron los ensayos o las calibraciones, si fuera diferente de la dirección del laboratorio; 	<p style="text-align: center;">30038</p> <p style="text-align: center;">COGUANOR NTGISO/IEC 17 025</p> <ol style="list-style-type: none"> una identificación única del informe de ensayo o del certificado de calibración (tal como el número de serie) y en cada página una identificación para asegurar que la página es reconocida como parte del informe de ensayo o del certificado de calibración, y una data identificación del final del informe de ensayo o del certificado de calibración; el nombre y la dirección del cliente; la identificación del método utilizado; una descripción, la condición y una identificación no ambigua del o de los objetos ensayados o calibrados; la fecha de recepción del o de los objetos sometidos al ensayo o a la calibración, cuando esta sea crítica para la validez y la aplicación de los resultados, y la fecha de ejecución del ensayo o de la calibración; una referencia al plan y a los procedimientos de muestreo utilizados por el laboratorio u otros organismos, cuando estos sean pertinentes para la validez o la aplicación de los resultados; los resultados de los ensayos o de las calibraciones con sus unidades de medida, cuando correspondan; el o los nombres, el puesto de trabajo y las firmas, o una identificación equivalente, de la o las personas que autorizan el informe de ensayo o el certificado de calibración; cuando sea pertinente, una declaración de que los resultados se refieren únicamente a los objetos ensayados o calibrados. <p>NOTA 1 Las copias impresas de los informes de ensayo y los certificados de calibración deberían también incluir el número de página y el número total de páginas.</p> <p>NOTA 2 Se recomienda que los laboratorios incluyan una declaración especificando que el informe de ensayo o el certificado de calibración no debe ser reproducido, excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita del laboratorio.</p> <p>5.10.3 Informes de ensayo</p> <p>5.10.3.1 Además de los requisitos indicados en el numeral 5.10.2, los informes de ensayo deben incluir, en los casos en que sea necesario para la interpretación de los resultados del ensayo, lo siguiente:</p> <ol style="list-style-type: none"> las desviaciones, adiciones o exclusiones del método de ensayo, e información sobre las condiciones específicas del ensayo, tales como las condiciones ambientales; cuando sea pertinente, una declaración sobre el cumplimiento o no cumplimiento con los requisitos o las especificaciones; cuando sea aplicable, una declaración sobre la incertidumbre de medición estimada; la incertidumbre de medición debe ser expresada en términos de la incertidumbre de medición estimada, de acuerdo con el procedimiento para la validez o aplicación de los resultados del ensayo, cuando así lo requieren las instrucciones del cliente, o cuando la incertidumbre afecte el cumplimiento con el límite de una especificación; cuando sea apropiado y necesario, las opiniones e interpretaciones (véase 5.10.5); la información adicional que pueda ser requerida por métodos específicos, clientes o grupos de clientes.
--	--

CONTINUA

CONTINUA

Continuación del anexo 1.

<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">31/38</p> <p>5.10.3.2 Además de los requisitos indicados en los numerales 5.10.2 y 5.10.3.1, los informes de ensayo que contengan los resultados del muestreo deben incluir lo siguiente, cuando sea necesario para la interpretación de los resultados del ensayo:</p> <ol style="list-style-type: none"> la fecha del muestreo; una identificación no ambigua de la sustancia, el material o el producto muestreado (incluido el nombre del fabricante, el modelo o el tipo de designación y los números de serie, según sea apropiado); el lugar del muestreo, incluido cualquier diagrama, croquis o fotografía; una referencia al plan y a los procedimientos de muestreo utilizados; los detalles de cualquier condición ambiental durante el muestreo que pueda afectar la interpretación de los resultados del ensayo; cualquier norma u otra especificación sobre el método o el procedimiento de muestreo, y las desviaciones, adiciones o exclusiones de la especificación correspondiente. <p>5.10.4 Certificados de calibración</p> <p>5.10.4.1 Además de los requisitos indicados en el numeral 5.10.2, los certificados de calibración deben incluir, cuando sea necesario para la interpretación de los resultados de la calibración, lo siguiente:</p> <ol style="list-style-type: none"> las condiciones (por ejemplo, ambientales) bajo las cuales fueron hechas las calibraciones y que tengan una influencia en los resultados de la medición; la incertidumbre de la medición o una declaración de cumplimiento con una especificación metrológica identificada o con partes de ésta; la evidencia de que las mediciones son trazables (véase la nota 2 de 5.6.2.1.1). <p>5.10.4.2 El certificado de calibración sólo debe estar relacionado con las magnitudes y los métodos de medición que se especifican en el certificado de calibración. Si se requiere una especificación, ésta debe identificar las partes de la especificación que se cumplen y las que no se cumplen.</p> <p>Cuando se haga una declaración de cumplimiento con una especificación omitiendo los resultados de la medición y las incertidumbres asociadas, el laboratorio debe registrar dichos resultados y mantenerlos para una posible referencia futura.</p> <p>Cuando se hagan declaraciones de cumplimiento, se debe tener en cuenta la incertidumbre de la medición.</p> <p>5.10.4.3 Cuando un instrumento para calibración ha sido ajustado o reparado, se deben informar los resultados de la calibración antes y después del ajuste o la reparación, si están disponibles.</p> <p>5.10.4.4 Un certificado de calibración (o etiqueta de calibración) no debe contener ninguna recomendación sobre el intervalo de calibración, excepto que esto haya sido acordado con el cliente. Este requisito puede ser invalidado por regulaciones legales.</p> <p>5.10.5 Opiniones e interpretaciones</p> <p>Cuando se incluyan opiniones e interpretaciones, el laboratorio debe documentar las bases que las respaldan. Las opiniones e interpretaciones deben estar claramente identificadas como tales en un informe de ensayo.</p>	<p style="text-align: center;">COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p style="text-align: right;">32/38</p> <p>NOTA 1 Las opiniones e interpretaciones no deberían ser confundidas con las inspecciones y las certificaciones de producto efectuadas en la Norma ISO/IEC 17023 y la norma COGUANOR NTG/COOPANT/ISO/IEC Guía 65.</p> <p>NOTA 2 Las opiniones e interpretaciones incluidas en un informe de ensayo pueden consistir en, pero no limitarse a, lo siguiente:</p> <ul style="list-style-type: none"> — una opinión sobre la declaración de cumplimiento o no cumplimiento de los resultados con los requisitos; — el cumplimiento con los requisitos contractuales; — las recomendaciones sobre como utilizar los resultados; — una orientación a ser utilizada para las mejoras. <p>NOTA 3 En muchos casos podrá ser apropiado comunicar las opiniones e interpretaciones a través del diálogo directo con el cliente. Ese diálogo debería quedar escrito.</p> <p>5.10.6 Resultados de ensayo y de calibración obtenidos de laboratorios subcontratados</p> <p>Cuando el informe de ensayo contenga resultados de ensayos efectuados por laboratorios subcontratados, estos resultados deben estar claramente identificados. El laboratorio subcontratado debe informar los resultados por escrito o electrónicamente.</p> <p>Cuando una calibración haya sido subcontratada, el laboratorio que ejecuta el trabajo debe emitir el certificado de calibración dirigido al laboratorio contratante.</p> <p>5.10.7 Transmisión electrónica de los resultados</p> <p>En el caso que los resultados de ensayo o de calibración se transmitan por teléfono, télex, facsimil u otros medios electrónicos o electromagnéticos, se deben cumplir los requisitos de esta Norma (véase también 5.4.7).</p> <p>5.10.8 Formato de los informes y de los certificados</p> <p>El formato debe ser diseñado para responder a cada tipo de ensayo o de calibración efectuado y para minimizar la posibilidad de malentendidos o uso indebido.</p> <p>NOTA 1 Se debería prestar atención a la forma de presentar el informe de ensayo o certificado de calibración, especialmente con respecto a la presentación de los datos de ensayo o de calibración y a la facilidad de asimilación para el lector.</p> <p>NOTA 2 Los encabezados deberían ser normalizados, tanto como sea posible.</p> <p>5.10.9 Enmiendas a los informes de ensayo y a los certificados de calibración</p> <p>Las enmiendas de fondo a un informe de ensayo o certificado de calibración después de su emisión deben ser hechas únicamente por medio de un documento posterior, o de una transferencia de datos, que incluya la declaración:</p> <p>"Suplemento al Informe de Ensayo (o Certificado de Calibración), número de serie... [u otra identificación]".</p> <p>o una forma equivalente de redacción.</p> <p>Estas enmiendas deben cumplir con todos los requisitos de esta Norma.</p> <p>Cuando sea necesario emitir un nuevo informe de ensayo o certificado de calibración completo, éste debe ser identificado de forma única y debe contener una referencia al original al que reemplaza.</p> <p style="text-align: center;">C O N T I N U A</p>
--	--

Continuación del anexo 1.

<p>33/38</p> <p>COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>6 Correspondencia</p> <p>Esta Norma corresponde a la ISO/IEC 17025:2005. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.</p>	<p>34/38</p> <p>COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025</p> <p>Anexo A (Informativo)</p> <p>Referencias cruzadas nominales a la Norma ISO 9001:2000</p> <p>Cuadro A.1 - Referencias cruzadas nominales a la Norma ISO 9001:2000</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>ISO 9001:2000</th> <th>ISO/IEC 17025:2005</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Capítulo 1</td><td>Capítulo 1</td></tr> <tr><td>Capítulo 2</td><td>Capítulo 2</td></tr> <tr><td>Capítulo 3</td><td>Capítulo 3</td></tr> <tr><td>4.1</td><td>4.1, 4.1.1, 4.1.2, 4.1.3, 4.1.4, 4.1.5, 4.2, 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3, 4.2.4</td></tr> <tr><td>4.2.1</td><td>4.2.2, 4.2.3, 4.3.1</td></tr> <tr><td>4.2.2</td><td>4.2.2, 4.2.3, 4.2.4</td></tr> <tr><td>4.2.3</td><td>4.3</td></tr> <tr><td>4.2.4</td><td>4.3.1, 4.12</td></tr> <tr><td>5.1</td><td>4.2.2, 4.2.3</td></tr> <tr><td>5.1.a)</td><td>4.1.2, 4.1.5</td></tr> <tr><td>5.1.b)</td><td>4.2.2</td></tr> <tr><td>5.1.c)</td><td>4.2.2</td></tr> <tr><td>5.1.d)</td><td>4.15</td></tr> <tr><td>5.1.e)</td><td>4.1.5</td></tr> <tr><td>5.2</td><td>4.4.1</td></tr> <tr><td>5.3</td><td>4.2.2</td></tr> <tr><td>5.3.a)</td><td>4.2.2</td></tr> <tr><td>5.3.b)</td><td>4.2.3</td></tr> <tr><td>5.3.c)</td><td>4.2.3</td></tr> <tr><td>5.3.d)</td><td>4.2.2</td></tr> <tr><td>5.3.e)</td><td>4.2.2</td></tr> <tr><td>5.4.1</td><td>4.2.2.g)</td></tr> <tr><td>5.4.2</td><td>4.2.1</td></tr> <tr><td>5.4.2.a)</td><td>4.2.1</td></tr> <tr><td>5.4.2.b)</td><td>4.2.1</td></tr> <tr><td>5.5.1</td><td>4.1.5.a), f), h)</td></tr> <tr><td>5.5.2</td><td>4.1.5.f)</td></tr> <tr><td>5.5.2.a)</td><td>4.1.5.f)</td></tr> <tr><td>5.5.2.b)</td><td>4.1.1.1</td></tr> <tr><td>5.5.2.c)</td><td>4.2.4</td></tr> <tr><td>5.5.3</td><td>4.1.6</td></tr> <tr><td>5.6.1</td><td>4.1.5</td></tr> <tr><td>5.6.2</td><td>4.1.5</td></tr> <tr><td>5.6.3</td><td>4.1.5</td></tr> </tbody> </table>	ISO 9001:2000	ISO/IEC 17025:2005	Capítulo 1	Capítulo 1	Capítulo 2	Capítulo 2	Capítulo 3	Capítulo 3	4.1	4.1, 4.1.1, 4.1.2, 4.1.3, 4.1.4, 4.1.5, 4.2, 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3, 4.2.4	4.2.1	4.2.2, 4.2.3, 4.3.1	4.2.2	4.2.2, 4.2.3, 4.2.4	4.2.3	4.3	4.2.4	4.3.1, 4.12	5.1	4.2.2, 4.2.3	5.1.a)	4.1.2, 4.1.5	5.1.b)	4.2.2	5.1.c)	4.2.2	5.1.d)	4.15	5.1.e)	4.1.5	5.2	4.4.1	5.3	4.2.2	5.3.a)	4.2.2	5.3.b)	4.2.3	5.3.c)	4.2.3	5.3.d)	4.2.2	5.3.e)	4.2.2	5.4.1	4.2.2.g)	5.4.2	4.2.1	5.4.2.a)	4.2.1	5.4.2.b)	4.2.1	5.5.1	4.1.5.a), f), h)	5.5.2	4.1.5.f)	5.5.2.a)	4.1.5.f)	5.5.2.b)	4.1.1.1	5.5.2.c)	4.2.4	5.5.3	4.1.6	5.6.1	4.1.5	5.6.2	4.1.5	5.6.3	4.1.5
ISO 9001:2000	ISO/IEC 17025:2005																																																																						
Capítulo 1	Capítulo 1																																																																						
Capítulo 2	Capítulo 2																																																																						
Capítulo 3	Capítulo 3																																																																						
4.1	4.1, 4.1.1, 4.1.2, 4.1.3, 4.1.4, 4.1.5, 4.2, 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3, 4.2.4																																																																						
4.2.1	4.2.2, 4.2.3, 4.3.1																																																																						
4.2.2	4.2.2, 4.2.3, 4.2.4																																																																						
4.2.3	4.3																																																																						
4.2.4	4.3.1, 4.12																																																																						
5.1	4.2.2, 4.2.3																																																																						
5.1.a)	4.1.2, 4.1.5																																																																						
5.1.b)	4.2.2																																																																						
5.1.c)	4.2.2																																																																						
5.1.d)	4.15																																																																						
5.1.e)	4.1.5																																																																						
5.2	4.4.1																																																																						
5.3	4.2.2																																																																						
5.3.a)	4.2.2																																																																						
5.3.b)	4.2.3																																																																						
5.3.c)	4.2.3																																																																						
5.3.d)	4.2.2																																																																						
5.3.e)	4.2.2																																																																						
5.4.1	4.2.2.g)																																																																						
5.4.2	4.2.1																																																																						
5.4.2.a)	4.2.1																																																																						
5.4.2.b)	4.2.1																																																																						
5.5.1	4.1.5.a), f), h)																																																																						
5.5.2	4.1.5.f)																																																																						
5.5.2.a)	4.1.5.f)																																																																						
5.5.2.b)	4.1.1.1																																																																						
5.5.2.c)	4.2.4																																																																						
5.5.3	4.1.6																																																																						
5.6.1	4.1.5																																																																						
5.6.2	4.1.5																																																																						
5.6.3	4.1.5																																																																						
<p>C O N T I N U A</p>	<p>C O N T I N U A</p>																																																																						

ISO 9001:2000	ISO/IEC 17025:2005	COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025	35/38
6.1 a)	4.10		
6.1 b)	4.4.1, 4.7, 5.4.2, 5.4.3, 5.4.4, 5.10.1		
6.2.1	5.2.1		
6.2.2 a)	5.2.1, 5.2.2		
6.2.2 b)	5.2.2		
6.2.2 c)	4.1.5 k)		
6.2.2 e)	5.2.5		
6.3.1 a)	4.1.3, 4.1.2, 4.1.2.1, 4.1.2.3, 5.3		
6.3.1 b)	4.1.2.1.4, 5.4.7.2, 5.5, 5.6		
6.3.1 c)	4.6, 5.5.6, 5.6.3.4, 5.8, 5.10		
6.4	5.3.1, 5.3.2, 5.3.3, 5.3.4, 5.3.5		
7.1	5.1		
7.1 a)	4.2.2		
7.1 b)	4.1.5 a), 4.2.1, 4.2.3		
7.1 c)	5.4, 5.9		
7.1 d)	4.1, 5.4, 5.9		
7.2.1	4.4.1, 4.4.2, 4.4.3, 4.4.4, 4.4.5, 5.4, 5.9, 5.10		
7.2.2	4.4.1, 4.4.2, 4.4.3, 4.4.4, 4.4.5, 5.4, 5.9, 5.10		
7.2.3	4.4.2, 4.4.4, 4.5, 4.7, 4.8		
7.3	5, 5.4, 5.9		
7.4.1	4.6.1, 4.6.2, 4.6.4		
7.4.2	4.6.3		
7.4.3	4.6.2		
7.5.1	5.1, 5.2, 5.4, 5.6, 5.6, 5.7, 5.8, 5.9		
7.5.2	5.2.5, 5.4.2, 5.4.5		
7.5.3	5.8.2		
7.5.4	4.1.5 c), 5.8		
7.5.5	4.6.1, 4.12, 5.8, 5.10		
7.6	5.4, 5.5		
8.1	4.10, 5.4, 5.9		
8.2.1	4.10		
8.2.2	4.11.5, 4.14		
8.2.3	4.11.5, 4.14, 5.9		
8.2.4	4.5, 4.6, 4.9, 5.5.2, 5.5.9, 5.8, 5.8.3, 5.8.4, 5.9		
8.3	4.9		
8.4	4.10, 5.9		
8.5.1	4.10, 4.12		
8.5.2	4.11, 4.12		
8.5.3	4.9, 4.11, 4.12		

La Norma ISO/IEC 17025:2005 contiene varios requisitos de competencia técnica que no están cubiertos por la Norma ISO 9001:2000.

C O N T I N U A

COGUANOR NTG/ISO/IEC 17 025

36/38

Anexo B
(Informativo)

Directrices para establecer aplicaciones para campos específicos

B.1 Los requisitos especificados en esta Norma están expresados en términos generales y, si bien son aplicables a todos los laboratorios de ensayo y de calibración, podrá ser necesaria alguna explicación. A estas explicaciones sobre las aplicaciones se les denomina aquí aplicaciones. Las aplicaciones no deberán incluir requisitos generales adicionales que no estén incluidos en esta Norma.

B.2 Las aplicaciones pueden ser consideradas como una elaboración de los criterios (requisitos) establecidos en forma general en esta Norma, para campos específicos de ensayo y de calibración, tecnologías de ensayo, productos, materiales, o ensayos o calibraciones específicas. Por lo tanto, las aplicaciones deberán ser establecidas por personas que posean los conocimientos técnicos y la experiencia apropiados, y deberán considerar los aspectos que son esenciales o de mayor importancia para la ejecución apropiada de un ensayo o de una calibración.

B.3 Según la aplicación de que se trate, puede ser necesario establecer aplicaciones para los requisitos de esta Norma. Las aplicaciones se pueden establecer simplemente proporcionando detalles o agregando información adicional a los requisitos ya establecidos en forma general en cada uno de los numerales (por ejemplo, los límites específicos para la temperatura y la humedad del laboratorio).

En algunos casos las aplicaciones serán bastante limitadas, correspondiendo solamente a un método determinado de ensayo o de calibración o a un grupo de métodos de ensayo o de calibración. En otros casos, las aplicaciones pueden ser bastante amplias, correspondiendo al ensayo o a la calibración de varios productos u objetos, o a campos completos de ensayo o de calibración.

B.4 Si las aplicaciones corresponden a un grupo de métodos de ensayo o de calibración en un campo técnico completo, se debería utilizar un lenguaje común para todos los métodos.

Alternativamente, para tipos o grupos específicos de ensayos o de calibraciones, productos, materiales o campos técnicos de ensayos o de calibraciones, puede ser necesario preparar un documento de aplicación separado que suplemente a esta Norma. Un documento como este solamente debería proporcionar la información suplementaria necesaria, manteniendo esta Norma como el documento principal de referencias. Las aplicaciones detalladas específicas deberán ser enviadas, con el fin de limitar la proliferación de documentos detallados.

B.5 La orientación dada en este anexo debería ser utilizada por los organismos de acreditación y otros tipos de organismos de evaluación, cuando elaboren las aplicaciones para sus propios fines (por ejemplo, la acreditación en áreas específicas).

C O N T I N U A



Denominación: C 289 - 07

Método de Ensayo Estándar para Reactividad potencial Alcali-Silice de Agregados (Método Químico)¹

Este estándar está publicado bajo la denominación completa C289, el número inmediato que sigue a la denominación de este método de ensayo estándar. Este estándar puede ser reemplazado por una edición posterior o una revisión o re-terminación. Un carácter de revisión se indica en el margen de la sección de la última revisión o re-terminación.

Este estándar no debe ser usado para su uso por las agencias del Departamento de Defensa.

1. Alcance²
 - 1.1 Este método de ensayo cubre la determinación de la reactividad potencial de un agregado de ácidos en concreto de cemento Portland, la cual está indicada por la cantidad de reacción durante 24 h a 80°C entre una solución de hidróxido de sodio 1 N y agregado, previamente triturado y cernido para pasar por un tamiz de 300-µm y ser retenido por uno de 150-µm.
 - 1.2 Los valores expresados en unidades del SI son considerados estándar.
 - 1.3 Este estándar no pretende abarcar todas las disposiciones de seguridad, en dado caso, asociadas con su uso. Es responsabilidad del usuario de este estándar, establecer las prácticas apropiadas de salud y seguridad así como de determinar la aplicación de las limitaciones regulatorias antes de su uso. Una declaración de precaución específica se da en el apartado 5.7.1.
2. Documentos de referencia
 - 2.1 Estándares ASTM:
 - C114 Métodos de ensayo para Análisis Químico de Cemento Hidráulico³
 - C227 Método de ensayo de Reactividad Potencial Alcali para combinaciones de Agregado de cemento (Método Barra de Mortero)³
 - C295 Guía para examen petrográfico de agregados para concreto³
 - Química:
 - Reactivos químicos, Especificaciones de la Asociación americana de química.

Nota 1 – Para sugerencias sobre los reactivos de los ensayos no listados por la Asociación Americana de Química, ver "Estándares y Reactivos Químicos" de Joseph Rioshi, D. Van Nostrand Co., New York, NY, y la "Farmacopea de los Estados Unidos".

¹ Este método de ensayo está bajo la custodia del comité ASTM C289 de Cemento y Agregados de concreto y se recomendará directa del subcomité C289.01. Este estándar fue adoptado por el Comité C289 el 1 de Noviembre de 2007. Publicado en Diciembre 2007. Originalmente desarrollado en 1997. Última edición aprobada en 2003.
² Libro anual de estándares ASTM, Vol 14.02.
³ Libro anual de estándares ASTM, Vol 04.01.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19380. Este estándar puede ser reproducido por cualquier entidad sin el consentimiento escrito de ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19380. Este estándar puede ser reproducido por cualquier entidad sin el consentimiento escrito de ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19380.



C 289 - 07

3. Importancia y Uso

- 3.1 Cuando este método de ensayo se utiliza para evaluar la reactividad potencial de componentes de silicio en el agregado con álcalis en concreto de cemento hidráulico, este debe ser usado en combinación con otros métodos. No usar los resultados de las pruebas con este método de ensayo como la única base para aceptar o descartar las fuentes en lo que respecta a la reactividad de Álbati-Silicio.
 - 3.2 Las reacciones entre una solución de hidróxido de sodio y los componentes de silicio en el agregado se muestran para correlacionar el desempeño de algunos agregados en las estructuras de concreto. Los resultados de este método de ensayo pueden ser obtenidos rápidamente y aunque no son completamente confiables en todos los casos, pueden proveer de información útil.
 - 3.3 Este método de ensayo puede ser empleado como una herramienta de control de calidad para examinar periódicamente las muestras de una determinada fuente con un historial de servicio aceptable.

4. Equipo

- 4.1 Básculas – Las básculas y pesas utilizadas para pesar materiales tienen que llenar los requerimientos prescritos en la especificación C1005.
- 4.2 Balanzas – La balanza analítica y las pesas usadas para determinar la silice disuelta por el método gravimétrico tienen que cumplir con los requerimientos prescritos en los métodos de ensayo C114.
- 4.3 Equipo de trituración y molido – Una pequeña trituradora de manivela y un disco pulverizador u otro equipo apto capaz de triturar y moler agregado para hacerlo pasar por un tamiz de 300 µm.
- 4.4 Tamices:
 - 4.4.1 Tamiz de 300 µm y 150 µm de agujero cuadrado, con tejido de malla metálica conforme a la especificación E11.
 - 4.4.2 Un tamiz 4.75 mm (No. 4).
- 4.5 Reactores – Reactores de 50 a 75 mL de capacidad, hechos de acero resistente a la corrosión u otro material resistente a la corrosión, equipados con tapaderas herméticas. Un reactor que ha sido encontrado apropiado se muestra en la Fig. 1.

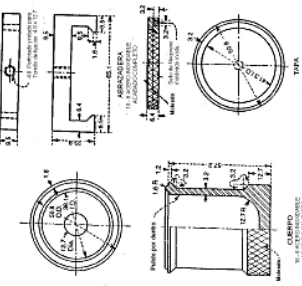
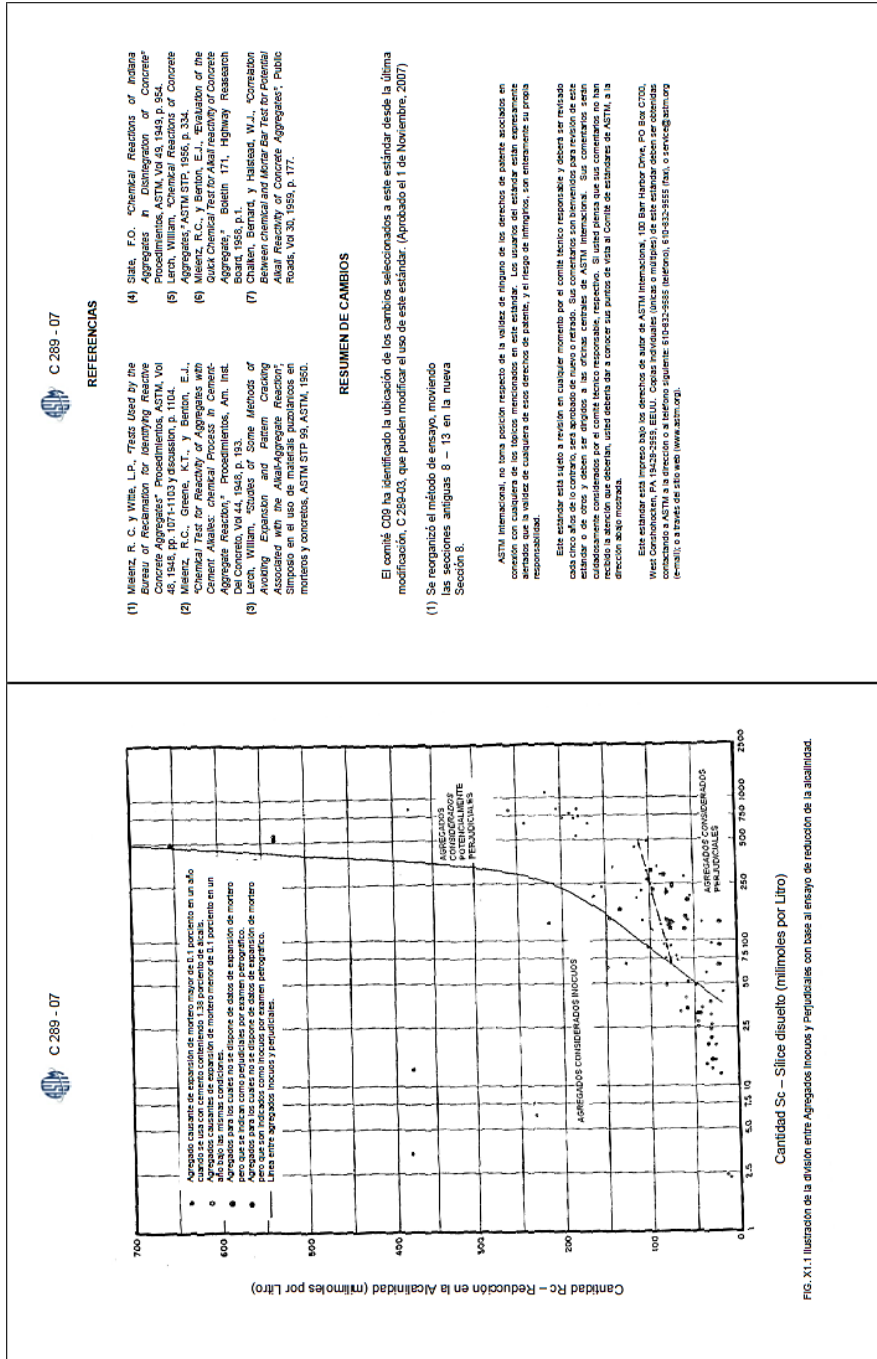


Fig. 1. Reactor de ensayo.

<p style="text-align: center;">C-289-07</p>	<p style="text-align: center;">C-289-07</p>
<p>7. Procedimiento de reacción</p> <p>7.1 Pesar tres porciones representativas de 25.00 +/- 0.05 g de la muestra seca para ensayo de 150 µm a 300 µm preparada de acuerdo a la sección 6. Colocar una porción en cada uno de los tres reactores y agregar mediante una pipeta, 25 mL de solución de NaOH 1.000 N. Agregar mediante una pipeta 25 mL de la misma solución de NaOH a un cuarto reactor, la cual servirá como blanco. Sellar los cuatro reactores y enmojar suavemente para liberar el aire atrapado.</p> <p>7.2 Inmediatamente después de que los reactores han sido sellados, colocálos en un baño líquido mantenido a 80 +/- 1.0 °C. Después de 24 +/- ¼ h, remover los reactores del baño y enfriarlos por 15 +/- 2 min, en agua corriendo a temperatura por debajo de 30 °C.</p> <p>7.3 Inmediatamente después de que los reactores han sido enfriados, abrílos y filtrar la solución del agregado residual. Utilizar un crisol Gooch de porcelana (Ver Nota 4) con un disco de papel filtro de grado analítico y de absorción rápida cortado para cazar en el fondo del crisol; colocar el crisol en un contenedor de goma para crisol en un embudo. Colocar un tubo de ensayo seco de capacidad entre 35 y 50 mL al final de un matraz de filtración para recolectar el filtrado y sienta el embudo en el cuello del matraz de filtrado. Con la bomba de vacío en operación, decantar una cantidad pequeña de la solución en el papel filtro de manera que este asiente adecuadamente en el crisol. Sin agitar el contenido del reactor, decantar el líquido remanente libre dentro del crisol. Cuando la decantación del líquido ha terminado, apagar la bomba de vacío y transferir los sólidos remanentes en el reactor al crisol y empaquetes in-situ con la ayuda de una espátula de acero inoxidable. Luego aplique y ajuste el vacío a aproximadamente 51 kPa. Continuar la filtración hasta que los futuros rendimientos de filtración alcancen aproximadamente una tasa de 1 gota cada 10s; reserve el filtrado para posteriores análisis. Registre el total de tiempo transcurrido durante la aplicación del vacío; hacer cada esfuerzo para alcanzar un tiempo de filtración igual para todas las</p>	<p>muestras en un set determinado, mediante la uniformización del procedimiento en el ensamble de los aparatos de filtración y en el empaque de sólidos en el crisol.</p> <p>Nota 4 – Los crisoles Gooch Tamaño No. 4 e equivalentes, han resultado satisfactorio para este propósito.</p> <p>7.4 Filtrar la solución blanca de acuerdo con el procedimiento descrito en 7.3. Aplicando el vacío para un intervalo de tiempo igual al promedio del tiempo de filtración para los tres especímenes.</p> <p>7.5 Inmediatamente después de completada la filtración, agitar el filtrado para asegurar la homogeneidad, luego tomar mediante una pipeta una alícuota de 10 mL del filtrado y diluir con agua hasta 200 mL en un matraz volumétrico. Reservar esta solución diluida para la determinación de SiO₂ disuelto y la reducción de la alcalinidad.</p> <p>7.6 Si el filtrado diluido no será analizado en las próximas 4 horas después de terminada la filtración, transferir la solución hacia un contenedor de polietileno seco y limpio; cerrar el contenedor mediante un tapón o una tapadera que encaje ajustadamente.</p> <p>8. Análisis del Filtrado</p> <p>8.1 Medir la sílice disuelta utilizando el método gravimétrico o el método fotométrico (Ver 8.3) y medir la reducción en alcalinidad (Ver 8.4).</p> <p>8.2 Determinación de Sílice disuelto por el Método Gravimétrico</p> <p>8.2.1 Procedimiento:</p> <p>8.2.1.1 Transferir mediante una pipeta 100 mL de solución disuelta (7.5) a un plato de evaporación preferentemente de platino por la velocidad de evaporación, agregar de 5 a 10 mL de HCl (1.19 kg/L) y evaporar hasta que el contenido esté completamente seco en un baño de vapor. Sin completar más el residuo, tratarlo con 5 a 10 mL de HCl (1.19 kg/L) y luego una cantidad igual de agua o de una vez de 10 a 20 mL de HCl (1.1) sobre el residuo. Cubrir el crisol de aluminio y digerir por 10 min en el baño de vapor o en una plancha caliente. Diluir la solución con un volumen igual de agua caliente, filtrar inmediatamente con papel filtro de</p>
<p>grado cuantitativo bajo en cenizas. Lavar a fondo la sílice separada (SiO₂) con agua caliente (Ver Nota 5) y guarde el residuo.</p> <p>Nota 5 – El lavado de las cenizas de SiO₂ puede ser más efectivo utilizando HCl (1+99) caliente y luego comprobando el lavado con agua caliente.</p> <p>8.2.1.2 De nuevo evaporar el filtrado hasta que el contenido esté completamente seco, hornear el residuo por 1 h a 105-110 °C. Recoger el residuo con 10-15 mL de HCl (1+1) y calentar en el baño o en la plancha caliente. Diluir la solución con un volumen igual de agua caliente; recoger y lavar la pequeña cantidad de SiO₂ contenida, en otro pedazo de papel filtro. Esa segunda evaporación es necesaria solo cuando se desea determinar la concentración de la solución estándar de mediatizado. Ver 8.10, para las otras soluciones mediatizadas.</p> <p>8.2.1.3 Transferir los papeles conteniendo el residuo (8.1.1 y 8.1.2) a un crisol de platino (Ver Nota 6). Secar e incinerar los papeles, primero a baja temperatura hasta que el carbón del papel filtro se consume completamente sin ardor finalmente a 1100 – 1200 °C hasta que la masa permanezca constante.</p> <p>Nota 6 – La masa del crisol vacío debe ser determinada si se desea conocer la magnitud de impurezas en el residuo de SiO₂.</p> <p>8.2.1.4 Tratar el SiO₂ así obtenido, el cual contendrá pequeñas cantidades de impurezas, en un crisol con unas gotas de agua, cerca de 10 mL de HF y una gota de H₂SO₄ evaporar en un baño de vapor con precaución hasta que el producto esté completamente seco. Finalmente calentar el pequeño residuo entre 1050 y 1100 °C por 1 a 2 minutos, enfriar y determinar la masa. La diferencia entre esta determinación y la anterior, representa la cantidad de SiO₂.</p> <p>8.2.2 Calcular:</p> <p>Calcular la concentración de SiO₂ de la solución filtrada de NaOH del agregado como sigue:</p> $S_2 = 3330 \times W \quad (1)$ <p>Donde:</p>	<p>Nota 7 – La sílice cristalizada no colora reactores con iones de aluminio, pero sí colora reactores con iones de hierro. El color producido es aproximadamente proporcional a la concentración de sílice en la solución, pero no sigue la ley de Beer completamente.</p> <p>8.3.2 Preparación de la curva de calibración:</p> <p>8.3.2.1 Preparar una serie de soluciones de concentración conocida de Sílice variando desde 0.0 hasta 0.5 mmol/L mediante diluciones de la solución patrón de silicato de sodio (6.10). Transferir las porciones de la solución de silicato de sodio a un matraz volumétrico de 100 mL lleno de agua hasta la mitad.</p> <p>8.3.2.2 Agregar 2 mL de la solución de molibdato de amonio y 1 mL de HCl (1+1), agitar el matraz en forma armoscópica y dejar que la solución repose por 15 minutos a temperatura ambiente. Adición de 1.5 +/- 0.2 mL de la solución de ácido oxálico llevar el matraz con agua hasta la marca y mezclar bien. Permitir que la solución repose por 5.0 +/- 0.1 min. Llevar la transmisión de las diferentes soluciones en el fotómetro a 410 nm, en comparación con la del agua.</p> <p>8.3.2.3 Preparar una curva de calibración graficando la transmisión porcentual o las lecturas de absorbancia versus la concentración conocida de Sílice en cada solución.</p> <p>8.3.3 Determinación de Sílice Disuelto:</p> <p>8.3.3.1 Transferir con la pipeta una alícuota de 10 mL de la solución diluida a 100 mL en el matraz</p>

<p style="text-align: center;">C 289 - 07</p> <p style="text-align: center;">APÉNDICE (información no obligatoria)</p> <p style="text-align: center;">X1. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS</p> <p>X1.1 Las correlaciones entre datos obtenidos por este método, extensiones de barras de mortero que contienen cemento de alta alcalinidad, exámenes petrográficos de agregados y el desempeño de agregados en estructuras de concreto se encuentran publicadas en (1-7)[*]. Con base a estos datos, se describe la curva mostrada en la Fig. X1.1 Un grado potencialmente perjudicial de reactividad se indica si alguno de los tres puntos Rc, So queda en el lado perjudicial de la curva en la Fig. X1.1. Sin embargo, agregados potencialmente perjudiciales representados por puntos sobre la línea punteada en la Fig. X1.1 pueden dar como resultado extensiones relativamente bajas en el mortero o en concreto aun cuando sean extremadamente reactivas con álcalis. Estos agregados deben ser considerados un indicador potencial perjudicial del grado de reactividad hasta que el carácter inocho del agregado sea demostrado mediante registros de servicio o mediante métodos suplementarios de acuerdo con lo provisto por los métodos de ensayo C227, C1200, o C1203, para el caso que apliquen. Los métodos de ensayo adicionales deben ser seleccionados con base a las características mineralógicas del agregado.</p>	<p style="text-align: center;">C 289 - 07</p> <p style="text-align: center;">APÉNDICE (información no obligatoria)</p> <p style="text-align: center;">X1. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS</p> <p>X1.2 Los resultados de este método de ensayo pueden no ser correctos para agregados conteniendo carbonato de calcio, magnesio, o hierro ferroso, como calota, dolomita, magnesita o siderita, o silicatos de magnesio como la antigonita (serpentina) (6,7). El error introducido por el carbonato de calcio no es significativo excepto que los valores de Rc y So indiquen que la reactividad potencial es marginal. Exámenes del agregado de acuerdo con la guía C285 se pueden usar para determinar la presencia de minerales de este tipo.</p> <p>X1.3 Se recomienda que la interpretación basada en este método se correlacione con la Guía C285 y registros de servicio del agregado. Los resultados de este ensayo no predicen la reactividad retardada y lenta de Siliceo-Silicatos en concreto que puede resultar de la presencia de cuarzo inmersado o micro-granulado, agregados compuestos de meta-grauveca, metálmolita, meta-cuarzo y rocas similares.</p>
<p style="text-align: center;">C 289 - 07</p> <p>volumétrico llenado hasta la mitad con agua y proceder como se indica en 10.2 y 10.3. Leer la concentración de sílice en la solución directamente de la curva de calibración preparada previamente correlacionando la transmisión de luz a la longitud de onda con la concentración de sílice. Si la transmitancia es menor del 30% o superior al 50%, debe utilizarse una alícuota menor o mayor de la solución diluida.</p> <p>8.3.4 Cálculos:</p> <p>8.3.4.1 Calcular la concentración de SiO₂ en la solución de NaOH filtrada del material del Agregado como sigue:</p> $S_x = 20 \times (100/V) \times C \quad (2)$ <p>Donde:</p> <p>S_x = concentración de SiO₂, mmol/L en el filtrado original.</p> <p>C = concentración de sílice en la solución medida en el fotómetro, mmol/L.</p> <p>V = mililitros de solución diluida utilizada de (7.5)</p> <p>8.4 Reducción en la Alcalinidad</p> <p>8.4.1 Procedimiento:</p> <p>Transferir con la pipeta una alícuota de 20 mL de solución diluida (7.5) a un Erlenmeyer de 125 mL, agregar 2 o 3 gotas de solución de fenolftaleína y titular con HCl 0.05N hasta el punto de viraje de la fenolftaleína.</p> <p>8.4.2 Cálculos:</p> <p>Calcular la reducción en la alcalinidad como sigue:</p> $R_x = \left(\frac{20V}{V_1} \right) (V_1 - V_2) \times 1000 \quad (3)$	<p style="text-align: center;">C 289 - 07</p> <p style="text-align: center;">APÉNDICE (información no obligatoria)</p> <p style="text-align: center;">X1. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS</p> <p>X1.1 Las correlaciones entre datos obtenidos por este método, extensiones de barras de mortero que contienen cemento de alta alcalinidad, exámenes petrográficos de agregados y el desempeño de agregados en estructuras de concreto se encuentran publicadas en (1-7)[*]. Con base a estos datos, se describe la curva mostrada en la Fig. X1.1 Un grado potencialmente perjudicial de reactividad se indica si alguno de los tres puntos Rc, So queda en el lado perjudicial de la curva en la Fig. X1.1. Sin embargo, agregados potencialmente perjudiciales representados por puntos sobre la línea punteada en la Fig. X1.1 pueden dar como resultado extensiones relativamente bajas en el mortero o en concreto aun cuando sean extremadamente reactivas con álcalis. Estos agregados deben ser considerados un indicador potencial perjudicial del grado de reactividad hasta que el carácter inocho del agregado sea demostrado mediante registros de servicio o mediante métodos suplementarios de acuerdo con lo provisto por los métodos de ensayo C227, C1200, o C1203, para el caso que apliquen. Los métodos de ensayo adicionales deben ser seleccionados con base a las características mineralógicas del agregado.</p>

* Los valores en paréntesis referidos en este texto a las referencias que aparecen al final de este manual de ensayo.



Fuente: Libro anual de estándares ASTM, Volumen 04.02.

3. Norma ASTM C 702 – 98



Designation: C 702 – 98 (Reapproved 2003)

American Association State
Highway and Transportation
Officials Standard: T 248

Standard Practice for Reducing Samples of Aggregate to Testing Size¹

This standard is issued under the fixed designation C 702; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This practice covers three methods for the reduction of large samples of aggregate to the appropriate size for testing employing techniques that are intended to minimize variations in measured characteristics between the test samples so selected and the large sample.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

C 125 Terminology Relating to Concrete and Concrete Aggregates²

C 128 Test Method for Density, Relative Density (Specific Gravity), and Absorption of Fine Aggregate²

D 75 Practice for Sampling Aggregates³

3. Terminology

3.1 *Definitions*—The terms used in this practice are defined in Terminology C 125.

4. Significance and Use

4.1 Specifications for aggregates require sampling portions of the material for testing. Other factors being equal, larger samples will tend to be more representative of the total supply. This practice provides procedures for reducing the large sample obtained in the field or produced in the laboratory to a convenient size for conducting a number of tests to describe the material and measure its quality in a manner that the smaller test sample portion is most likely to be a representation of the larger sample, and thus of the total supply. Failure to carefully

follow the procedures in this practice could result in providing a nonrepresentative sample to be used in subsequent testing. The individual test methods provide for minimum amount of material to be tested.

4.2 Under certain circumstances, reduction in size of the large sample prior to testing is not recommended. Substantial differences between the selected test samples sometimes cannot be avoided, as for example, in the case of an aggregate having relatively few large size particles in the sample. The laws of chance dictate that these few particles may be unequally distributed among the reduced size test samples. Similarly, if the test sample is being examined for certain contaminants occurring as a few discrete fragments in only small percentages, caution should be used in interpreting results from the reduced size test sample. Chance inclusion or exclusion of only one or two particles in the selected test sample may importantly influence interpretation of the characteristics of the original sample. In these cases, the entire original sample should be tested.

5. Selection of Method

5.1 *Fine Aggregate*—Reduce the size of samples of fine aggregate that are drier than the saturated-surface-dry condition (Note 1) using a mechanical splitter according to Method A. Reduce the size of samples having free moisture on the particle surfaces by quartering according to Method B, or by treating as a miniature stockpile as described in Method C.

5.1.1 If the use of Method B or Method C is desired, and the sample does not have free moisture on the particle surfaces, moisten the sample to obtain free moisture on the particle surfaces, mix thoroughly, and then reduce the sample size.

5.1.2 If use of Method A is desired and the sample has free moisture on the particle surfaces, dry the entire sample to at least the saturated-surface-dry condition, using temperatures that do not exceed those specified for any of the tests contemplated, and then reduce the sample size. Alternatively, if the moist sample is very large, make a preliminary split using a mechanical splitter having chute openings of 38 mm (1½ in.) or more in width to reduce the sample to not less than 5000 g. Dry the portion so obtained, and reduce it to test sample size using Method A.

NOTE 1—The method of determining the saturated-surface-dry condition is described in Test Method C 128. As a quick approximation, if the

¹ This practice is under the jurisdiction of ASTM Committee C09 on Concrete and Concrete Aggregates and is the direct responsibility of Subcommittee C09.20 on Normal Weight Aggregates.

Current edition approved May 10, 1998. Published December 1998. Originally approved in 1971. Last previous edition approved in 1993 as C 702 – 93.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 04.02.

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 04.03.

Continuación del anexo 3.

C 702 - 98 (2003)

fine aggregate will retain its shape when molded in the hand, it may be considered to be wetter than saturated-surface-dry.

5.2 Coarse Aggregates and Mixtures of Coarse and Fine Aggregates—Reduce the sample using a mechanical splitter in accordance with Method A (preferred method) or by quartering in accordance with Method B. The miniature stockpile Method C is not permitted for coarse aggregates or mixtures of coarse and fine aggregates.

6. Sampling

6.1 Obtain samples of aggregate in the field in accordance with Practice D 75, or as required by individual test methods. When tests for sieve analysis only are contemplated, the size of the field sample listed in Practice D 75 is usually adequate. When additional tests are to be conducted, the user shall be satisfied that the initial size of the field sample is adequate to accomplish all intended tests. Use similar procedures for aggregate produced in the laboratory.

METHOD A—MECHANICAL SPLITTER

7. Apparatus

7.1 *Sample Splitter*—Sample splitters shall have an even number of equal width chutes, but not less than a total of eight for coarse aggregate, or twelve for fine aggregate, which discharge alternately to each side of the splitter. For coarse aggregate and mixed aggregate, the minimum width of the individual chutes shall be approximately 50 % larger than the largest particles in the sample to be split (Note 2). For dry fine aggregate in which the entire sample will pass the 9.5-mm ($\frac{3}{8}$ -in.) sieve, a splitter having chutes 12.5 to 20 mm ($\frac{1}{2}$ to $\frac{3}{4}$ in.) wide shall be used. The splitter shall be equipped with two receptacles to hold the two halves of the sample following splitting. It shall also be equipped with a hopper or straight-edged pan which has a width equal to or slightly less than the over-all width of the assembly of chutes, by which the sample may be fed at a controlled rate to the chutes. The splitter and

accessory equipment shall be so designed that the sample will flow smoothly without restriction or loss of material (see Fig. 1 and Fig. 2).

NOTE 2—Mechanical splitters are commonly available in sizes adequate for coarse aggregate having the largest particle not over 37.5 mm ($1\frac{1}{2}$ in.).

8. Procedure

8.1 Place the original sample in the hopper or pan and uniformly distribute it from edge to edge, so that when it is introduced into the chutes, approximately equal amounts will flow through each chute. Introduce the sample at a rate so as to allow it to flow freely through the chutes and into the receptacles below. Reintroduce the portion of the sample in one of the receptacles into the splitter as many times as necessary to reduce the sample to the size specified for the intended test. Reserve the portion of material collected in the other receptacle for reduction in size for other tests, when required.

METHOD B—QUARTERING

9. Apparatus

9.1 Apparatus shall consist of a straight-edged scoop, shovel, or trowel; a broom or brush; and a canvas blanket approximately 2 by 2.5 m (6 by 8 ft).

10. Procedure

10.1 Use either the procedure described in 10.1.1 or 10.1.2 or a combination of both.

10.1.1 Place the original sample on a hard, clean, level surface where there will be neither loss of material nor the accidental addition of foreign material. Mix the material thoroughly by turning the entire sample over three times. With the last turning, shovel the entire sample into a conical pile by depositing each shovelful on top of the preceding one. Carefully flatten the conical pile to a uniform thickness and diameter by pressing down the apex with a shovel so that each

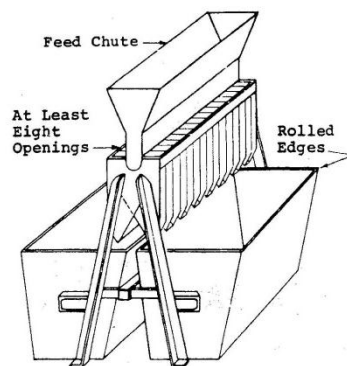
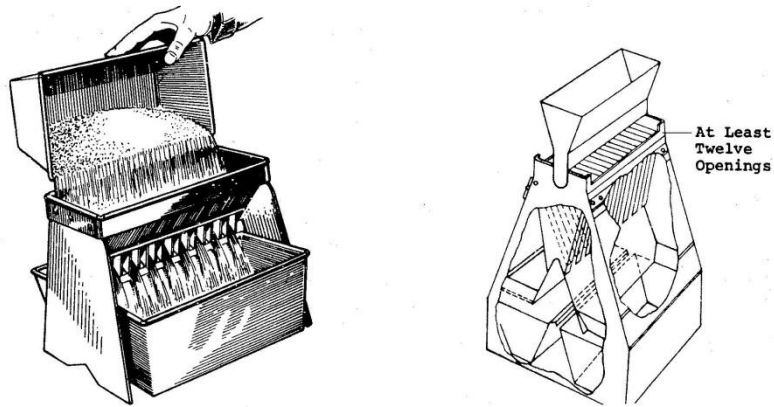


FIG. 1 Large Sample Splitter for Coarse Aggregate

Continuación del anexo 3.

ASTM C 702 - 98 (2003)



NOTE— Small Sample Splitters for Fine Aggregate. May be constructed as either closed or open type. Closed type is preferred.
FIG. 2 Sample Splitters (Riffles)

quarter sector of the resulting pile will contain the material originally in it. The diameter should be approximately four to eight times the thickness. Divide the flattened mass into four equal quarters with a shovel or trowel and remove two diagonally opposite quarters, including all fine material, and brush the cleared spaces clean. Successively mix and quarter the remaining material until the sample is reduced to the desired size (Fig. 3).

10.1.2 As an alternative to the procedure described in 10.1.1, when the floor surface is uneven, place the field sample on a canvas blanket and mix with a shovel as described in 10.1.1, or by alternately lifting each corner of the canvas and pulling it over the sample toward the diagonally opposite

corner causing the material to be rolled. Flatten the pile as described in 10.1.1. Divide the sample as described in 10.1.1, or if the surface beneath the blanket is uneven, insert a stick or pipe beneath the blanket and under the center of the pile, then lift both ends of the stick, dividing the sample into two equal parts. Remove the stick leaving a fold of the blanket between the divided portions. Insert the stick under the center of the pile at right angles to the first division and again lift both ends of the stick, dividing the sample into four equal parts. Remove two diagonally opposite quarters, being careful to clean the fines from the blanket. Successively mix and quarter the remaining material until the sample is reduced to the desired size (Fig. 4).

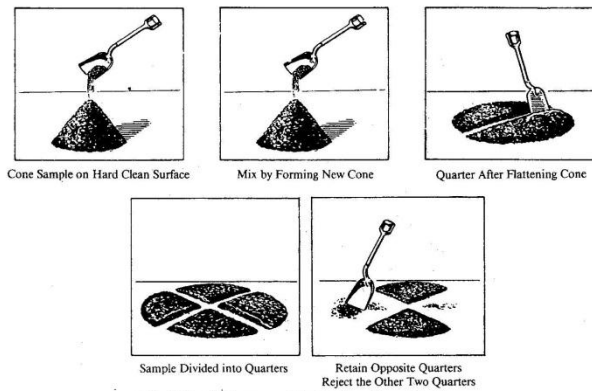


FIG. 3 Quartering on a Hard, Clean Level Surface

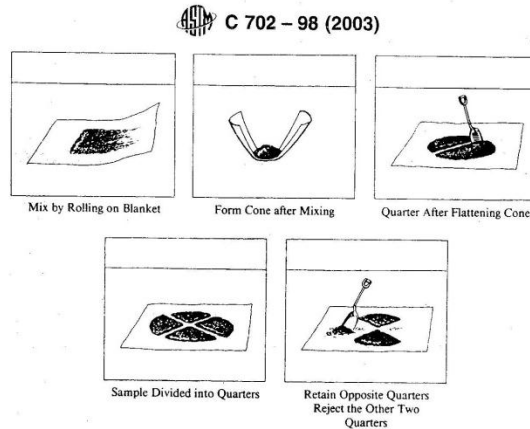


FIG. 4 Quartering on a Canvas Blanket

**METHOD C—MINIATURE STOCKPILE SAMPLING
(DAMP FINE AGGREGATE ONLY)**

11. Apparatus

11.1 Apparatus shall consist of a straight-edged scoop, shovel, or trowel for mixing the aggregate, and either a small sampling thief, small scoop, or spoon for sampling.

12. Procedure

12.1 Place the original sample of damp fine aggregate on a hard clean, level surface where there will be neither loss of material nor the accidental addition of foreign material. Mix the material thoroughly by turning the entire sample over three times. With the last turning, shovel the entire sample into a

conical pile by depositing each shovelful on top of the preceding one. If desired, flatten the conical pile to a uniform thickness and diameter by pressing down the apex with a shovel so that each quarter sector of the resulting pile will contain the material originally in it. Obtain a sample for each test by selecting at least five increments of material at random locations from the miniature stockpile, using any of the sampling devices described in 11.1.

13. Keywords

13.1 aggregate; aggregate—coarse; aggregate—fine; field testing—aggregate; sampling—aggregates; sample reduction; specimen preparation

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).