Código del Ensayo	**QAI-ROA-001, QAI-ROA-002**		
Nombre del ensayo	Verificación de balanzas y calibración de material de laboratorio		
Programa	Química Aplicada a la Industria, versión 4.0		
Norma de Competencia	Preparar las condiciones del laboratorio de acuerdo con los procedimientos técnicos		
Resultado de Aprendizaje	Verificar condiciones de funcionamiento de equipos básicos del laboratorio químico, de acuerdo con los manuales de operación seleccionar el material de laboratorio de acuerdo a sus características y usos.		
Actividad de proyecto	Alistar y operar los equipos básicos de laboratorio de acuerdo a los procedimientos establecidos	Fase	Planear

1. Discusión general

En el sistema de calidad de un laboratorio, los equipos de medición constituyen la herramienta principal de trabajo. De ahí que todo lo relacionado con la gestión y control de los equipos de medición sea de gran importancia, tanto para la correcta ejecución de los ensayos, calibración y mantenimiento de equipos en el laboratorio, como para la obtención de resultados analíticos con la fiabilidad y la precisión requeridas.

Uno de los equipos más utilizados en un laboratorio es la balanza, la cual es un instrumento que mide la masa de un cuerpo o sustancia, utilizando como medio de comparación la fuerza de la gravedad que actúa sobre el cuerpo.

La verificación de una balanza es importante porque es la forma de conocer los errores de medición que tiene ese instrumento y al corregir dichos errores, brinda certeza y seguridad a todas las partes involucradas.
En un laboratorio químico es parte fundamental la verificación de las balanzas, ya que debe cumplir con normatividad tanto técnica como legal en el sector industrial [1].

Por su parte el material volumétrico tiene por finalidad la medición exacta de volúmenes y debe ser controlado antes de utilizarlo. Para ello se requiere pesar la cantidad de agua pura (contenida en los matraces volumétricos) o transferida (por pipetas y buretas), a una temperatura dada, y calcular el volumen obtenido a partir de la masa pesada. Es importante que, antes de utilizar cualquier material volumétrico, se examine si las paredes del recipiente de medida están engrasadas. Para verificar esto se debe enjuagar el material con agua; cuando la superficie de vidrio está limpia y libre de grasa, el agua se extiende y deja una película invisible cuando se deja correr sobre ella. Si el agua no las humedece uniformemente, se debe limpiar.

Para obtener el volumen calibrado a partir de la masa de agua es importante tener en cuenta que:

- ✓ La densidad del agua varía con la temperatura
- ✓ El volumen del recipiente de vidrio varía con la temperatura
- ✓ El agua que llena el recipiente se pesa en aire.

Cuando se calibra material de vidrio se deben tomar en consideración estos factores para calcular el volumen contenido o vertido por el material a 20ºC. Si trabajamos a temperatura ambiente (cercana a los 20ºC) el segundo factor (el volumen del recipiente de vidrio varía con la temperatura) introduce correcciones muy pequeñas por lo que a efectos prácticos no lo consideraremos en el cálculo.

El control de los aparatos volumétricos descrito en la norma ISO 4787 es referido a 20 ^{o}C y la fórmula general para el cálculo de volumen es:

$$V_{20} = (W_2 - W_1)\left(1 - \gamma\left(t - 20^0\,C\right)\right)\left(\frac{1}{\delta_W - \delta_L}\right)\left(1 - \frac{\delta_L}{\delta_G}\right) \quad (1)$$

Donde:

V_{20} (mL): Volumen del aparato de medida a 20 °C
W_1 (g): Valor obtenido del aparato sin carga. Con tarado puede ser 0 g.
W_2 (g): Valor obtenido de la pesada del aparato de medida lleno.
γ **($^{o}C^{-1}$):** Coeficiente de dilatación del material volumétrico.
δ_L **(g/mL):** Densidad del aire en función de la presión atmosférica. Se puede consultar la presión atmosférica en el servicio meteorológico local.
δ_W **(g/mL):** Densidad del agua a la temperatura de medida.
δ_G **(g/mL):** Densidad de las pesas de ajuste en la balanza. Véase instrucciones del manejo del fabricante de la balanza.

Si trabajamos a temperatura cercana a 20 °C, despreciamos la variación por dilatación del material y utilizamos el factor Z, para calcular el volumen y corregirlo a 20 °C, de acuerdo a la tabla que encuentra a continuación:

Temperatura (oC)	Densidad del agua (g/mL)	Z (mL/g)	Z (mL/g)* $20\,^{o}C$
18	0.9985866	1.0025	1.0025
19	0.9984082	1.0027	1.0027
20	0.9982071	1.0029	1.0029
21	0.9979955	1.0031	1.0031
22	0.9977735	1.0033	1.0033
23	0.9975415	1.0035	1.0035
24	0.9972995	1.0038	1.0038
25	0.9970479	1.0040	1.0040
26	0.9967867	1.0043	1.0042

2. Marco Teórico

Consulte lo siguiente:

a) Tipo de material volumétrico. Clase A, B etc. Características generales y límite de error, In y Ex.
b) Diferencia entre material graduado y aforado, en cuanto a su uso y aplicaciones.
c) Que es incertidumbre de los instrumentos o sesgo de medición.
d) Precisión y exactitud.
e) Ajuste de meniscos en aparatos volumétricos con marca anular.
f) Ajuste de meniscos en aparatos volumétricos con franja de schellbach.

3. Materiales

- ✓ Balón aforado de 50 mL
- ✓ Balón aforado de 100 mL
- ✓ Picnómetro de 10 mL o 25 mL.
- ✓ 2 Beaker de 50 mL
- ✓ Frasco Lavador
- ✓ Pipeta Graduada de 1,2,5,10 mL
- ✓ Pipeta aforada de 1,2,5,10 mL
- ✓ Juego de pesas
- ✓ Pinza para juego de pesas
- ✓ Probeta de 100 mL
- ✓ Pipetiador.
- ✓ Bureta
- ✓ Pinzas para bureta
- ✓ Erlemeyer de 250 mL
- ✓ Termómetro.

4. Instrumentos

a) Balanza analítica
b) Balanza de precisión
c) Termómetro

5. Reactivos y preparación

a) Agua para análisis.

6. Elementos de Protección Personal (EPP) y dispositivos de seguridad

Para la realización de esta práctica es necesario el uso de los siguientes EPP y dispositivos de seguridad:

- Cabina de extracción.
- Fuente lava ojos.

- Gafas de seguridad.
- Guantes de nitrilo gruesos y delgados.

7. Condiciones de seguridad

- Use los EPP permanentemente mientras permanece dentro del laboratorio. No se retire los EPP hasta que haya abandonado definitivamente el laboratorio.

8. Procedimientos

a. Procedimientos preliminares a la verificación

- Realice la limpieza de cada balanza utilizando una brocha, retirando partículas que puedan afectar el proceso de verificación.
- Revisar la nivelación de la balanza, en caso de ser necesario el ajuste, utilizar los tornillos de nivelación ubicados en los soportes de la balanza.
- Una vez realizado los pasos anteriores, encender las balanzas e iniciar con el proceso de verificación luego de 30 minutos del encendido.
- Para los procedimientos de verificación limpiar las pesas y manipularlas siempre con pinzas, se deben tomar las pesas que no excedan el peso máximo de las balanzas, utilizando las pesas que estén entre 5, 20, 50, y 200g de la capacidad de medición de la balanza.

b. Determinación de repetibilidad

- Tarar la balanza
- Colocar sobre el centro del platillo la pesa o carga, correspondiente al porcentaje a determinar
- Esperar que se estabilice la medición y registrar el valor
- Retirar la pesa y esperar que llegue a cero de lo contrario tarar
- Repetir esta acción para completar 5 ensayos
- Complete la tabla 2 de acuerdo a los datos obtenidos para los demás porcentajes

c. Determinación de excentricidad

- Tarar la balanza
- Colocar la pesa en el centro del platillo de la balanza, correspondientes a un tercio de la carga máxima.

$$\text{Carga excentricidad} = \frac{1}{3} \times carga\ máxima$$

- Para mayor facilidad, del cálculo anterior usar un valor aproximado al múltiplo de diez más cercano.
- Esperar que se estabilice la medición y registrar el valor
- Retirar la pesa y esperar que llegue a cero.
- Repetir esta acción hasta completar 5 ensayos.
- Repetir el procedimiento en las posiciones 2,3,4 y 5 utilizando la misma carga.
- Complete la tabla 3 de acuerdo a los datos obtenidos

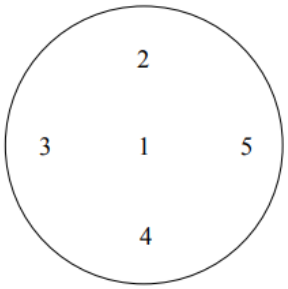


Figura 1. Posición de las pesas en el platillo

d. Determinación de histéresis

- Tarar la balanza
- Colocar la pesa de 5g en el centro de la balanza, esperar que se estabilice la medición y registrar el valor.
- Colocar la pesa de 20g en el centro de la balanza, sin retirar la pesa anterior, esperar que se estabilice la medición y registrar el valor.
- Colocar la pesa de 50g en el centro de la balanza, sin retirar las pesas anteriores, esperar que se estabilice la medición y registrar el valor.
- Colocar la pesa de 200g en el centro de la balanza, sin retirar las pesas anteriores esperar que se estabilice la medición y registrar el valor.
- Retirar la pesa de 200g, esperar que se estabilice la medición y registrar el valor.
- Retirar la pesa de 50g, esperar que se estabilice la medición y registrar el valor.
- Retirar la pesa de 20g, esperar que se estabilice la medición y registrar el valor.

- Retirar la pesa de 5g, esperar que se estabilice la medición y registrar el valor.
- Repetir el procedimiento tres veces.
- Complete la tabla 4. de acuerdo a los datos obtenidos.

Procedimiento para la calibración de una pipeta aforada de 10 mL.

a. Lave y seque un balón aforado de 50 mL (Recuerde no secar con temperatura), en este elemento se realizará los vertimientos de la pipeta para obtener los volúmenes medidos.
b. Pese el balón aforado con la tapa puesta en la balanza analítica, registre el valor en su cuaderno de laboratorio. (W1)
c. Retire el balón de la balanza.
d. Vuelva a pesar el balón 2 veces más y asegúrese que el peso no varié más del 5 %.
e. Tome el volumen de 10 mL con la pipeta agua y ajustando el menisco con la marca anular.
f. Transfiera el volumen al balón aforado de 50 mL, dejando que se desocupe por gravedad y agite al final sin soplar para completar la transferencia.
g. Tape inmediatamente el balón aforado.
h. Pese el balón aforado con la tapa puesta en la balanza analítica, registre el valor en su cuaderno de laboratorio. (W2)
i. No desocupe el balón aforado.
j. Tome nuevamente un volumen de 10 mL con la pipeta ajustando el menisco con la marca anular y transfiera el volumen al balón aforado de 50 mL, dejando que se desocupe por gravedad y agite al final sin soplar para completar la transferencia.
k. Tape inmediatamente el balón aforado
l. Pese el balón aforado con la tapa puesta en la balanza analítica, registre el valor en su cuaderno de laboratorio. (W3)
m. Repita el procedimiento hasta obtener 5 pesos del agua vertida de la pipeta (W6)
n. Calcule los pesos del agua vertida en los cinco ensayos y determine el error de la pipeta: W2-W1, W3-W2, W4-W3, W5-W4, W6-W5.
o. Con la ayuda del termómetro mida la temperatura del agua y regístrela en su cuaderno.
p. Con los volúmenes y el volumen nominal, determine el error de la pipeta y compare contra su especificación.

Procedimiento para la calibración de un balón aforado de 50 mL.

q. Lave y seque un balón aforado de 50 mL,
r. Pese el balón aforado con la tapa puesta en la balanza analítica, registre el valor en su cuaderno de laboratorio. (W1)
s. Retire el balón de la balanza.

t. Vuelva a pesar el balón 2 veces más y asegúrese que el peso no varié más del 5 %.
u. Llene el balón aforado de 50 mL, ajustando el menisco con la marca anular.
v. Tape inmediatamente el balón aforado.
w. Pese el balón aforado con la tapa puesta en la balanza analítica, registre el valor en su cuaderno de laboratorio. (W2)
x. Desocupe el balón.
y. Sin volver a secar, llene de nuevo el balón aforado de 50 mL, ajustando el menisco con la marca anular.
z. Tape inmediatamente el balón aforado.
aa. Pese el balón aforado con la tapa puesta en la balanza analítica, registre el valor en su cuaderno de laboratorio. (W3)
bb. Repita el procedimiento hasta obtener 5 pesos del agua contenida en el balón (W6)
cc. Calcule los pesos del agua contenida en los cinco ensayos y determine el error del balón: W2-W1, W3-W1, W4-W1, W5-W1, W6-W1.
dd. Con la ayuda del termómetro mida la temperatura del agua y regístrela en su cuaderno.
ee. Con los volúmenes obtenidos experimentalmente y el volumen nominal, determine el error de la pipeta y compare contra su especificación.

Procedimiento para la calibración de una bureta de 25 mL

ff. Lave y seque un balón aforado de 100 mL (Recuerde no secar con temperatura), en este elemento se realizará los vertimientos de la pipeta para obtener los volúmenes medidos.
gg. Pese el balón aforado con la tapa puesta en la balanza analítica, registre el valor en su cuaderno de laboratorio. (W1)
hh. Retire el balón de la balanza.
ii. Vuelva a pesar el balón 2 veces más y asegúrese que el peso no varié más del 5 %.
jj. Llene la bureta con agua y enrásela de acuerdo al ajuste de meniscos en aparatos volumétricos con franja de schellbach.
kk. Vierta un volumen de 5 mL al balón aforado de 100 mL.
ll. Tape inmediatamente el balón aforado.
mm. Pese el balón aforado con la tapa puesta en la balanza analítica, registre el valor en su cuaderno de laboratorio. (W2)
nn. No desocupe el balón aforado.
oo. Vierta ahora un volumen de 10 mL al balón aforado de 100 mL con la bureta ajustando la lectura con franja de schellbach,.
pp. Tape inmediatamente el balón aforado
qq. Pese el balón aforado con la tapa puesta en la balanza analítica, registre el valor en su cuaderno de laboratorio. (W3)
rr. Repita el procedimiento vertiendo 15, 20 y 25 mL.

ss. Calcule los pesos del agua vertida en los cinco ensayos y determine el error de la pipeta: W2-W1, W3-W2, W4-W3, W5-W4, W6-W5.
tt. Con la ayuda del termómetro mida la temperatura del agua y regístrela en su cuaderno.
uu. Con los volúmenes y el volumen nominal, determine el error de la bureta y compare contra su especificación.
vv. Grafique el volumen medido (eje y) contra el volumen esperado (eje x), en el plano cartesiano.

9. Cálculos y expresión de resultados

Formato para recolección de datos

Registre los datos derivados del ensayo en las tablas 2,3 y 4, siguiendolas recomendaciones de Buenas Prácticas de Laboratorio (BPL).

Tabla 2. Formato para registrar los datos para el cálculo de la repetibilidad

Determinación de repetibilidad en balanza analítica				
Marca de la balanza:		**Capacidad máxima:**		**Capacidad mínima:**
N° Medición	**5g**	**20g**	**50g**	**200g**
1				
2				
3				
4				
5				
Promedio				
Desviación estándar (S)				
Determinación de repetibilidad en balanza de platillo externo				
Marca de la balanza:		**Capacidad máxima:**		**Capacidad mínima:**
N° Medición	**5g**	**20g**	**50g**	**200g**
1				
2				
3				
4				
5				
Promedio				
Desviación estándar (S)				

Tabla 3. Formato para registrar los datos para el cálculo de la excentricidad

Determinación de excentricidad en balanza analítica

Marca de la balanza:		Capacidad máxima:		Pesa (g):	
	Posición de la pesa				
N° Medición	1	2	3	4	5
1					
2					
3					
4					
5					
Promedio					
Determinación de excentricidad en balanza de platillo externo					
Marca de la balanza:		Capacidad máxima:		Pesa (g):	
	Posición de la pesa				
N° Medición	1	2	3	4	5
1					
2					
3					
4					
5					
Promedio					

Tabla 4. Formato para registrar los datos para el cálculo de histéresis

Determinación de histéresis en balanza analítica				
Pesa (g)	Ascenso	Ascenso	Ascenso	Promedio
5g				
20g				
50g				
200g				
Pesa (g)	Descenso	Descenso	Descenso	Promedio
5g				
20g				
50g				
200g				
Determinación de histéresis en balanza de platillo externo				
Pesa (g)	Ascenso	Ascenso	Ascenso	Promedio
5g				
20g				
50g				
200g				
Pesa (g)	Descenso	Descenso	Descenso	Promedio
5g				
20g				
50g				
200g				

Cálculos

Realice los siguientes cálculos:

a. Repetibilidad para cada pesa mediante la desviación estándar.

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

b. Pesa adecuada para determinar excentricidad, mediante la siguiente ecuación

$$Carga\ excentricidad = \frac{1}{3} \times carga\ máxima\ de\ la\ balanza$$

c. Determinación de error de excentricidad
El error de excentricidad (E_{ecc}) se calcula mediante la diferencia entre el valor de la posición I_i
y la posición central I_1 encontrado entre las cuatro posiciones descentradas.

$$E_{ecc} = I_i - I_1$$

Tomando los promedios de cada posición.

d. Calcular el error de histéresis (E_{His}) dado por diferencia entre el valor de la medida en ascenso o descenso I_i y el valor de masa real de la pesa de prueba I_{real}.

$$E_{His} = I_i - I_{real}$$

e. Cálculo de incertidumbre

Repetibilidad

- Para determinar la incertidumbre asociada a la repetibilidad (U_{Rep}), se toma la desviación estándar máxima y se calcula su contribución:

$$U_{Rep} = \frac{S_{Max}}{\sqrt{N}}$$

Excentricidad

- Para determinar la incertidumbre asociada a la excentricidad (U_{ecc}), se toma el error de excentricidad máximo y se calcula su contribución en notación relativa:

$$U_{ecc} = \frac{|E_{ecc}|_{Max}}{\sqrt{N}}$$

Histéresis

- Para determinar la incertidumbre asociada a la histéresis (U_{His}), se toma el error de histéresis máximo ya sea de ascenso o descenso y se calcula su contribución en notación relativa:

$$U_{ecc} = \frac{|E_{His}|_{Max}}{\sqrt{N}}$$

Para calcular la incertidumbre combinada:

$$U(\pm) = \sqrt{\left(U_{Rep}\right)^2 + (U_{ecc})^2 + (U_{His})^2}$$

Se desea calibrar una pipeta de 25.0 mL El frasco vacío tiene una masa de 10.283 g y después de llenarlo con el agua contenida en la pipeta la masa fue de 35.225. Si la temperatura del laboratorio era de 21 °C encontrar el volumen vertido por la pipeta

Masa agua= 35.225-10.283= 24.942 g

Volumen de agua= (24.942g)(1.0031 ml/g) = 25.019 mL a 21°C

La diferencia entre el volumen medido y el calibrado significa una incertidumbre en la medida del volumen que deberá ser incluido en el resultado final del mensurando.
La medida del volumen calibrado deberá efectuarse varias veces de manera que los valores obtenidos se van a distribuir según una curva de distribución gaussiana
El máximo de la curva corresponde con la media aritmética de los valores (μ) y el término denominado desviación normal (s) es una medida útil de la dispersión de los datos debido a Calibración de material errores aleatorios.
|°

W2	W1	W2-W1	T °C	FACTOR Z	Vol (mL)	Error
35.225	24.942	24.942	21	1.0031	25.019	0.19

Para calcular el error se debe sumar el cuadrado de los errores, dividir entre (n-1) y sacar la raíz cuadrada, según la fórmula:

$$S_X = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N}(X_i - Media(X))^2}{N-1}}$$

10. Manejo de residuos peligrosos

No se generan residuos peligrosos.

Documentos de referencia

11. Anexos

No aplica.

CONTROL DE DOCUMENTO

	Nombre	Cargo	Dependencia	Fecha
Elaboración	Juan Pablo Medina R	Instructor	Química	Nov/2014
Revisión				
Aprobación				

CONTROL DE CAMBIOS

Versión No.	Fecha de aprobación	Descripción del cambio	Solicitó