

VALIDACIÓN DEL MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE
CEMENTO PÓRTLAND DEL CONCRETO DE CEMENTO HIDRÁULICO
ENDURECIDO EN EL ÁREA DE ENSAYOS QUÍMICOS DE LAS INSTALACIONES DE
CONCRELAB S.A.S. DE ACUERDO CON LA NORMA TÉCNICA NTC-3726.

CARLOS ALBERTO ARCINIEGAS RIVAS
JUAN SEBASTIÁN RUBIO ALVARADO

Proyecto integral de grado para optar por el título de:
INGENIERO QUÍMICO

Director
Claudio Alberto Moreno Arias
Ingeniero Químico

Co-director
Luisa Fernanda Humanez Poveda
Ingeniera Química

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C
2022

NOTA DE ACEPTACIÓN

Firma del Jurado

Firma del Jurado

Bogotá D.C., 13 de Junio del 2022.

DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. MARIO POSADA GARCIA – PEÑA

Consejero Institucional

Dr. LUIS JAIME POSADA GARCIA – PEÑA

Vicerrectora Académica y de investigaciones

Dra. ALEXANDRA MEJÍA GUZMAN

Vicerrector Administrativo y Financiero

Dr. RICARDO ALFONSO PEÑARANDA CASTRO

Secretario General

Dr. JOSÉ LUIS MACIAS RODRÍGUEZ

Decana de la Facultad de Ingenierías

Ing. NALINY PATRICIA GUERRA PRIETO

Directora del Programa de Ingeniería de Química y Ambiental

Ing. NUBIA LILIANA BECERRA OSPINA

Las directivas de la Fundación Universidad de América junto con el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo de grado brindan sus agradecimientos a:

Agradecemos a la Fundación Universidad de América y al ingeniero Claudio Alberto Moreno Arias por brindarnos su confianza, conocimiento y experiencia para formarnos como ingenieros químicos íntegros.

A la empresa Concrelab S.A.S. y la ingeniera Luisa Fernanda Humanez Poveda por brindarnos su apoyo y seguimiento durante el desarrollo del proyecto.

Finalmente, a nuestras familias por acompañarnos en este proceso educativo y en general a todos nuestros amigos y compañeros que estuvieron involucrados en nuestra formación académica.

TABLA DE CONTENIDO

| | Pág. |
|--|-------------|
| INTRODUCCIÓN | 10 |
| 1. MARCO DE REFERENCIA | 13 |
| 1.1 Marco teórico | 13 |
| 1.1.1 Cemento | 13 |
| 1.1.2 Validación | 14 |
| 1.1.3 Parámetros de validación: | 17 |
| 1.2 Marco normativo | 18 |
| 1.2.1 Norma técnica NTC-ISO/IEC 17025:2017 | 18 |
| 1.2.2 Norma técnica NTC 3726 | 19 |
| 1.2.3 Norma ASTM C1084 | 20 |
| 1.2.4 Norma ASTM C114 | 21 |
| 2. DIAGNOSTICO DEL ESTADO ACTUAL DEL LABORATORIO | 22 |
| 2.1 Evaluación de requisitos de la norma técnica ntc-iso/iec:17025 | 22 |
| 2.2 Acciones correctivas | 26 |
| 3. METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN | 28 |
| 3.1 Selección del método | 28 |
| 3.2 Reactivos, equipos y materiales | 28 |
| 3.3 Procedimiento | 32 |
| 3.4 Parámetros de validación | 40 |
| 3.4.1 Linealidad | 40 |
| 3.4.2 Exactitud | 41 |
| 3.4.3 Precisión | 42 |
| 3.5 Descripción del ensayo | 43 |
| 4. EVALUACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE VALIDACIÓN | 44 |
| 4.1 Linealidad | 44 |
| 4.2 Exactitud | 46 |
| 4.3 Precisión | 48 |
| 4.3.1 Repetibilidad | 48 |
| 5. DOCUMENTACIÓN DEL PROCESO DE VALIDACIÓN | 50 |
| 5.1 Protocolo de validación | 50 |
| 6. CONCLUSIONES | 62 |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 1 Cumplimiento capítulo 6. | 23 |
| Figura 2. Cumplimiento capítulo 7 | 25 |
| Figura 3. Diagrama de flujo del procedimiento para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido | 33 |
| Figura 4. Paso 1 Trituración | 34 |
| Figura 5. Paso 2 Secado | 34 |
| Figura 6. Paso 3 Peso de muestras | 35 |
| Figura 7. Paso 4 Mezcla Agua-Ácido Clorhídrico | 35 |
| Figura 8. Paso 4 Mezcla Agua-Ácido Clorhídrico 2 | 35 |
| Figura 9. Paso 5 | 36 |
| Figura 10. Paso 6 Decantado 1 | 36 |
| Figura 11. Paso 7 Disolución NaOH | 37 |
| Figura 12. Paso 9 Calentamiento | 37 |
| Figura 13. Paso 10 Decantado 2 | 38 |
| Figura 14. Paso 11 Lavado | 38 |
| Figura 15. Paso 12 Incineración | 39 |
| Figura 16. Paso 13 Peso final | 39 |
| Figura 17. Curva de linealidad | 46 |
| Figura 18. Resultados del porcentaje de exactitud | 47 |
| Figura 19. Resultados del coeficiente de repetibilidad | 49 |
| Figura 20. Trituración (Protocolo de validación) | 55 |
| Figura 21. Secado (Protocolo de validación) | 55 |
| Figura 22. Paso 3 (Protocolo de validación) | 56 |
| Figura 23. Mezcla Agua-Ácido Clorhídrico (Protocolo de validación) | 56 |
| Figura 24. Paso 5 (Protocolo de validación) | 57 |
| Figura 25. Paso 6 Decantado 1 (Protocolo de validación) | 57 |
| Figura 26. Paso 7 Disolución NaOH(Protocolo de validación) | 58 |
| Figura 27. Paso 9 Calentamiento (Protocolo de validación) | 58 |
| Figura 28. Paso 10 Decantado 2 (Protocolo de validación) | 59 |
| Figura 29. Paso 11(Protocolo de validación) | 59 |
| Figura 30. Paso 12 Incineración (Protocolo de validación) | 60 |
| Figura 31. Peso final (Protocolo de validación) | 60 |

LISTA DE TABLAS

| | |
|---|----|
| Tabla 1. Insumos | 28 |
| Tabla 2. Equipos | 29 |
| Tabla 3. Equipos (continuación) | 30 |
| Tabla 4. Materiales | 31 |
| Tabla 5. Contenido de cemento muestra real | 43 |
| Tabla 6. Resultados Contenido de cemento | 44 |
| Tabla 7. Resumen de resultados evaluación de la linealidad. | 45 |
| Tabla 8. Cálculos de exactitud | 47 |
| Tabla 9. Datos para el cálculo de la precisión. | 48 |
| Tabla 10. Insumos (Protocolo de validación) | 52 |
| Tabla 11. Equipos (Protocolo de validación) | 52 |
| Tabla 11. Equipos (Protocolo de validación, continuación) | 53 |
| Tabla 12. Materiales (Protocolo de validación) | 54 |

RESUMEN

Partiendo de la necesidad de la empresa Concrelab S.A.S. de expandir su portafolio de servicios se busca validar el método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC–3726. Inicialmente se realiza un diagnóstico del estado del laboratorio para el desarrollo del ensayo en el que obtuvo que las instalaciones cuentan con un 88% de cumplimiento de la norma NTC – ISO/IEC 17025:2017.

Posteriormente, se establecen los parámetros de validación del ensayo, en el que se escogen Linealidad, Exactitud, y Precisión, y luego se desarrolló el diseño de experimentos en el que se parten de 5 muestras de concreto.

En base con los resultados obtenidos para el método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC–3726 se concluye que no es posible su validación puesto que a pesar de que el método fue desarrollado de forma exitosa, no se asegura la linealidad de este.

Palabras clave: Validación, Cemento, NTC-3726, NTC – ISO/IEC 17025:2017.

INTRODUCCIÓN

Concrelab S.A.S. es una empresa fundada en 1974 en Bogotá, la cual se basa en la realización de ensayos de materiales y calibración de equipos con el fin de que se asegure el buen desempeño de los materiales y/o instrumentos en cualquier proyecto para optimizar recursos y cumplir las normativas nacionales.

Actualmente, la empresa cuenta con un sin número de ensayos en el laboratorio de concretos los cuales permiten generar un control de calidad en diferentes proyectos de construcción, sin embargo, hasta el momento Concrelab S.A.S. no ha realizado ningún ensayo referente al método que determine el contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido. Por tal motivo y con el fin de ampliar su portafolio de servicios Concrelab S.A.S. busca establecer un procedimiento que cumpla el objetivo de sus clientes y que además sea acorde con el cumplimiento de la norma NTC-3726.

Ahora bien, para generar dicha estandarización es necesario el cumplimiento de la norma técnica NTC – ISO/IEC 17025:2017, la cual hace referencia a los requisitos generales para las competencias de los laboratorios de prueba y calibración, estableciendo unas directrices para que estos implementen sistemas de calidad de ensayo y calibración por medio de los cuales se puede garantizar que se cuenta con la capacidad requerida de producir resultados con un alto grado de validez y confiabilidad.

Para ello, inicialmente se elaboró una lista de chequeo con base a los requisitos de la norma técnica señalando los incumplimientos de estas y posteriormente estableciendo una serie de acciones correctivas para el cumplimiento de la norma.

Posteriormente, el plan de ruta para el desarrollo del proyecto se divide en dos etapas, la etapa inicial consiste en establecer la metodología de validación, la forma de medirlo y los requerimientos mínimos de aceptación para el desarrollo del diseño de experimentos que será desarrollado en la etapa dos del proyecto.

Finalmente, se generó el protocolo de validación del método el cual incluye el procedimiento y la metodología con el fin de que pueda ser consultado por el operador en el laboratorio de Concrelab S.A.S.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Validar el método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC–3726.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Diagnosticar el estado actual del laboratorio para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de Concrelab S.A.S. respecto a la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017.
- Establecer las acciones correctivas para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S., cumpliendo con los requisitos de la norma técnica NTC-ISO/IEC 17025:2017.
- Analizar los parámetros de validación del método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC–3726.
 - Generar la documentación del protocolo de validación del método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC–3726.

1. MARCO DE REFERENCIA

1.1 Marco teórico

1.1.1 Cemento

Se define el cemento como “Un polvo fino que se obtiene de la calcinación a 1450°C de una mezcla de piedra caliza, arcilla y mineral de hierro. El producto del proceso de calcinación es el clinker, que se muele finamente con yeso y otros aditivos químicos para producir cemento.” [1] Este es mundialmente conocido como el ingrediente principal para la obtención de concreto premezclado, siendo este el material más usado en la construcción debido a que “acciona con el agua y que actúa como aglutinante presentando propiedades de adherencia y cohesión”, diversidad estética y bajos costos de producción. [2]

El cemento hidráulico más utilizado es el Cemento Portland, el cual químicamente se denomina como alúmino silicato de calcio debido a que entre sus componentes se encuentran, ferroaluminato tetracálcico, aluminato tricálcico, silicato dicálcico y silicato tricálcico. Estos compuestos (silicatos) se presentan durante la elaboración de este y corresponden a más de la mitad del peso total, además al hacer contacto con el agua constituyen dos compuestos: hidróxido de calcio e hidrato de silicato de calcio; [3] gracias a la acción del hidrato en el concreto se aprecian propiedades tales como:

1.1.1.a Acústicas. Debido a su distribución molecular, el cemento tiene unas buenas propiedades acústicas con lo que respecta al aislamiento del sonido, a pesar de que existen otros materiales con mayor eficiencia en este aspecto, el costo-beneficio del cemento lo hace un gran competidor.

1.1.1.b Durabilidad. Cuando los procesos de obtención y las materias primas empleadas presentan una alta calidad, el concreto fabricado a partir del cemento

presenta una larga vida útil en las construcciones donde se emplea, soportando fuertes agentes corrosivos y cambios climáticos.

1.1.1.c Hidráulicas. Una de las principales características que han hecho al cemento un material único y muy empleado, es el hecho de que la reacción que presenta con la hidratación cuenta con dos fases, la primera es un fraguado donde se obtiene una mezcla líquida de fácil manejo y una segunda donde la mezcla se endurece para formar un compuesto sólido y resistente, por esto también se le conoce como cemento hidráulico.

1.1.2 Validación

El proceso de validación consiste en demostrar que un proceso puede ser reproducido variando las condiciones (reactivos, equipos, operario) y se logre el mismo resultado, por lo cual se hace necesario identificar los parámetros que cumplan la calidad de los resultados esperados. A lo cual, se define como validación a documentar y probar lo establecido por las buenas prácticas de manufactura (BPM) que cualquier procedimiento, proceso, equipo, actividad o sistema de operaciones concluye con los resultados esperados. [4]

1.1.2.a Tipos de validación

El proceso de validación consiste en cuatro tipos, prospectiva, retrospectiva, concurrente y revalidación en el cual según el proceso se escoge cuál de las anteriormente mencionadas se desarrolla. *Validación prospectiva*: Consiste en realizar una evidencia documentada mediante un protocolo de validación que se ejecuta antes de la distribución del producto final. Este tipo de validación es realizado cuando es un producto nuevo el que se quiere validar, o cuando ocurren modificaciones en el proceso de producción de un proceso ya existente. [5] *Revalidación*: Consiste cuando se presentan cambios significativos sobre un proceso ya validado (componentes críticos,

instalaciones, piezas críticas del equipo, tamaño de lote y desviaciones de lote que no cumplen especificaciones). [6]

1.1.2.b Etapas de validación

Es importante diferenciar las etapas que componen la validación para evaluar y detectar las fuentes de variación, comprender su impacto y finalmente controlarlas dependiendo del riesgo que representen para el desempeño del producto final.

Etapas 1 - Diseño del proceso. Esta etapa implica el desglose de variables significativas asociándolas con operaciones unitarias, la definición de los límites operativos y los métodos de control que serán reflejados en la documentación. El objetivo principal es diseñar un proceso que cumpla con los atributos de calidad y se compone por:

Pre-formulación la cual busca información experimental o bibliográfica de materiales, normatividad y tecnología disponible para aplicar en el desarrollo del producto y futuras mejoras, esta actividad determina las bases para diseñar las operaciones unitarias, define las especificaciones de calidad de las materias primas para garantizar la reproducibilidad del comportamiento del material en la producción y también los atributos críticos de calidad del producto. Asimismo, brinda información sobre las condiciones de las áreas de almacenamiento, dispensación, producción y aporta criterios para la selección de equipos.

Formulación: abarca el saber hacer necesario para el desarrollo y fabricación de un producto comercial caracterizado por su valor de uso y en respuesta a una lista de especificaciones preestablecidas. [7]

Etapas 2 Calificación de proceso. En esta etapa se busca garantizar que todas las instalaciones, equipos y sistemas funcionan de manera consistente siendo capaces de generar un producto que cumpla con las especificaciones en el proceso de producción. Se requiere de un muestreo y análisis meticulosos ya que este punto de la validación es

crítico para verificar que los lotes estudiados estarán en las mismas condiciones que cualquier otro lote producido y comercializado.

Calificación de Diseño (DQ): La OMS presenta la siguiente definición “evidencia documentada de que las instalaciones, sistemas de apoyo servicios, equipos y procesos se han diseñado en concordancia con los requisitos de las BPM”. Se seleccionan los materiales de construcción, las condiciones y características de los distintos sistemas que se interrelacionan con el proceso a validar, verificando que se han diseñado cumpliendo con las BPM y para el propósito al cual están destinados evidenciándolo de manera documentada. [7]

Calificación de instalación (IQ): Es la verificación documentada de que su equipo o instalación se adhiere a las especificaciones aprobadas mientras cumple con los criterios de diseño. La documentación IQ y los protocolos son desarrollados desde el proceso con los diagramas de instrumentación, diagramas eléctricos, diagramas de tuberías, especificaciones de compra, órdenes de compra, listas de instrumentos, especificaciones de ingeniería, manuales de operación y otra documentación necesaria. [8]

Calificación operacional (OQ): Es la verificación documentada que un equipo o sistema funciona entre los rangos de operación ya establecidos. Se realizan las pruebas específicas para verificar que los equipos e instalaciones operan de acuerdo con los requerimientos del proceso y son aptos para realizar la función para la cual están diseñados. Se documenta tanto en desafío bajo condiciones normales como bajo condiciones extrema. [8]

Calificación de desempeño (PQ): Es la verificación documentada de que el proceso, en las condiciones previstas, produce consistentemente un producto que cumple con todos los requisitos predeterminados

Etapa 3 - Verificación continua del proceso. La verificación es la confirmación mediante el examen y presentación de pruebas objetivas de que se han cumplido los requisitos especificados. Aquí se asegura que los atributos críticos de calidad del producto se encuentran controlados, esto se logra ejecutando actividades que detectan

perturbaciones no contempladas y corrigiéndolas para que el proceso no se salga del control estadístico. Se deben mantener vigentes las calificaciones y mantenimiento de los equipos, instalaciones, y sistemas de apoyo crítico. Los datos recolectados durante la etapa de verificación continúan pueden ser el punto de partida para futuras mejoras y optimización de procesos aumentando su calidad, capacidad de producción y competitividad. [7]

1.1.3 Parámetros de validación:

1.1.3.a Exactitud. Es la cercanía de un resultado al valor verdadero, se evalúa en la validación por comparación con los valores de referencia de un material caracterizado (material de referencia) o con valores tomados de otro método caracterizado. Los valores de referencia deberían ser trazables a las normas internacionales; los materiales de referencia certificados generalmente se aceptan como trazables. Es ideal que el material de referencia sea de matriz natural lo más similar posible a las muestras de interés. Usualmente la aplicación de un método involucra un sesgo combinado: el sesgo del método que surge de errores sistemáticos inherentes a él (sin importar el laboratorio que aplica el método), y el sesgo del laboratorio que surge de errores sistemáticos característicos del laboratorio. El sesgo obtenido en una validación debe compararse con el sesgo reportado para el método y el obtenido por varios laboratorios que utilicen el mismo método. [9]

1.1.3.b Precisión. Es la medida del grado de concordancia entre análisis repetidos de una muestra, expresada normalmente como la desviación estándar. Los parámetros estadísticos que miden la precisión son: la desviación estándar, la varianza y el coeficiente de variación. [9]

1.1.3.c Repetibilidad. Es considerada como la precisión de un método en función de análisis independientes realizados por el mismo analista, en el mismo laboratorio con la misma técnica el mismo instrumento en un intervalo corto de tiempo, mientras que la

reproducibilidad se refiere a la precisión de un método con datos obtenidos a partir de determinaciones independientes, efectuadas en condiciones diferentes y con distintos equipos u operadores. [9]

1.1.3.d Linealidad. Es la capacidad del método analítico para obtener resultados directamente proporcionales a la concentración o cantidad del analito en un rango definido. Se determina mediante el tratamiento matemático de los resultados obtenidos en el análisis del analito a diferentes cantidades o concentraciones. La selección del rango y del número de punto experimentales está estrictamente relacionada con la aplicación del método. [9]

1.1.3.e Sensibilidad. Es el gradiente de la curva de respuesta, o el cambio en la señal correspondiente a un cambio de concentración de analito. Para el Intervalo lineal de un método, la sensibilidad corresponde a la pendiente de la recta de calibración y es un parámetro objeto de seguimiento cuando se efectúan calibraciones rutinarias. [9]

1.2 Marco Normativo

1.2.1 Norma técnica NTC-ISO/IEC 17025:2017

Esta norma técnica tiene como función, establecer parámetros evaluativos para que los laboratorios implementen sistemas de calibración y calidad con los que se pueda garantizar que tienen los requerimientos necesarios para obtener resultados con un alto grado de certeza y confiabilidad. Esto, con el fin de que los laboratorios entreguen a sus clientes resultados verídicos con los que se pueda trabajar. [10]

“Este documento especifica los requisitos generales para la competencia, la imparcialidad y la operación coherente de los laboratorios. Este documento es aplicable a todas las organizaciones que desarrollan actividades de laboratorio, independientemente de la cantidad de personal.” [11]

Haciendo un énfasis en los capítulos que este proyecto de grado abarcara (capítulos 6 y 7), en estos se muestra tanto los requisitos relativos a los recursos (personal, condiciones ambientales, equipos, trazabilidad, entre otros) cómo es relativo a los requisitos del proceso (verificación y validación de métodos, revisión de solicitudes, muestreo, entre otros). [11]

1.2.2 Norma técnica NTC 3726

Esta norma técnica establece los requerimientos y la metodología para determinar el contenido de cemento Portland del concreto de cemento hidráulico endurecido involucrando tanto la ingeniería civil como la arquitectura. Esta norma fue ratificada por el Consejo Directivo y avalada por ICONTEC (1995/08/23) quien brinda soporte y desarrollo al productor y protección al consumidor. Dentro de la norma se enuncian los objetivos de esta, las normas técnicas y ASTM asociadas, su uso, muestreo, equipos, reactivos, materiales, procedimiento a ejecutar y obtención de resultados.

La norma enuncia que el procedimiento que se lleva a cabo requiere de un grado sustancial de destreza y una instrumentación químicas elaborada, así como de conocimientos sobre variables de caracterización y control como lo son la densidad y contenido de cemento. [12]

Ecuación 1.

Densidad del concreto

$$D_1 = \frac{W_1 * \rho}{W_1 - W_2}$$

Nota. ICONTEC (1995-08-23) "Norma Técnica Colombiana NTC 3726"

Donde: D_1 = densidad, kg/m^3 ; W_1 = masa secada al horno después de enfriar; W_2 = masa suspendido y sumergido en agua; ρ = densidad del agua, 1000 kg/m^3 .

Ecuación 2.*Densidad saturada del concreto*

$$D_2 = \frac{W_3 * \rho}{W_3 - W_4}$$

Nota. ICONTEC (1995-08-23) "Norma Técnica Colombiana NTC 3726"

Donde: D_2 = densidad, kg/m^3 ; W_3 = masa saturada superficialmente (SSS) en el aire después del humedecimiento de 24 h; W_4 = masa SSS suspendido y sumergido en agua; ρ = densidad del agua, 1000 kg/m^3 .

Ecuación 3.*Contenido de cemento*

$$\text{Contenido de cemento} = \frac{C * D}{100}$$

Nota. ICONTEC (1995-08-23) "Norma Técnica Colombiana NTC 3726"

Donde: C = porcentaje determinado de cemento, en masa, ya seas como C_s o C_c ;
D = densidad del concreto, ya sea como D_1 o D_2 .

1.2.3 Norma ASTM C1084

Esta norma técnica internacional establece los requerimientos y metodología para el método de prueba estándar para el contenido de cemento Portland del concreto de cemento hidráulico endurecido, en este documento se presentan los dos procedimientos independientes de análisis de oxido los cuales constan de dos sub-procedimientos y un proceso de extracción. En esta norma se destaca el alto grado de instrumentación química para su desarrollo. Este método puede ser aplicado para estimar el contenido de cemento Portland en hormigones elaborados a base de cemento hidráulico y mezclas de cemento Portland con impurezas, dichos resultados dependen del contenido de impurezas, la edad, el grado de reacción de la muestra. [13]

1.2.4 Norma ASTM C114

Esta norma técnica cubre todos los análisis químicos de los cementos hidráulicos, estos se agrupan como métodos de prueba de referencia y métodos de prueba alternativos. Los métodos de prueba de referencia son los métodos clásicos aceptados que proporcionan un análisis integrado para cementos hidráulicos. En esta norma se presentan los equipos, reactivos y materiales necesarios para el desarrollo del ensayo. Además, presenta la preparación de las muestras y los procedimientos generales que se deben seguir para cumplir con la especificación. Los métodos y procedimientos presentes en la norma incluyen la determinación de residuos insolubles, dióxido de silicio, grupo hidróxido de amonio, óxido férrico, óxidos de sodio y potasio, pentóxido de fósforo, dióxido de titanio, óxido de zinc, óxido de aluminio, óxido de calcio, óxido de magnesio, óxido mangánico, entre otros. [14]

2. DIAGNOSTICO DEL ESTADO ACTUAL DEL LABORATORIO

Con el objetivo de concluir el primer objetivo planteado en el trabajo de grado, se evalúa el estado actual del laboratorio para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido de acuerdo con la norma técnica NTC-3726, para ello se parte de la norma de calidad NTC-ISO/IEC 17025:2017 particularmente en los capítulos 6 y 7 en los cuales se aborda los requisitos relativos a los recursos y al proceso.

2.1 Evaluación de requisitos de la norma técnica NTC-ISO/IEC:17025

La evaluación del laboratorio se realizó mediante el diseño de una de una herramienta con el objetivo de analizar ítem por ítem el estado de las instalaciones frente a la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017 (Anexo 1); en este documento se califica el grado de cumplimiento de la norma de la siguiente forma:

- **Verificado:** es posible verificar el cumplimiento total del ítem.
- **No verificado:** no es posible verificar el cumplimiento total del ítem, por lo que se cataloga como parcial o nulo.
- **No aplica:** el ítem no está relacionado con las actividades propuestas para el desarrollo del ensayo.

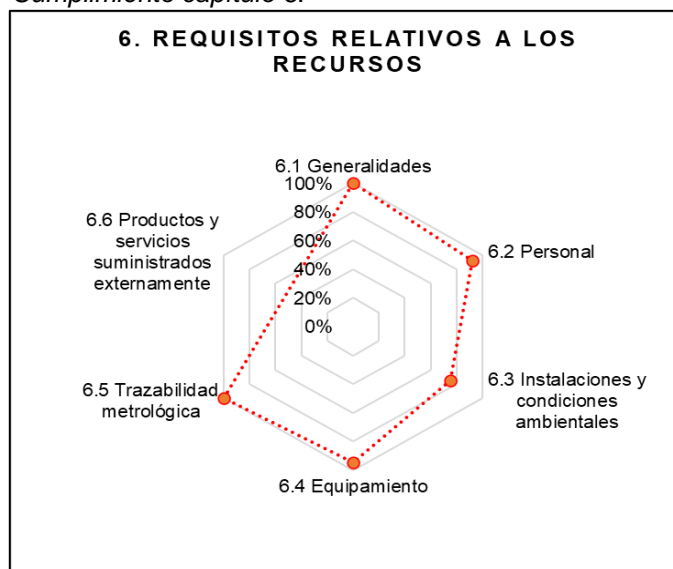
Ahora bien, la asignación de cada grado de cumplimiento se realizó mediante reuniones con el jefe del laboratorio, la coordinadora de proyectos y el auxiliar del laboratorio, además de una visita a las instalaciones del laboratorio para verificar el estado de este.

Se determinó que el cumplimiento del laboratorio frente al capítulo 6 de la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017 es del 92% como se evidencia en la Figura 1. El resultado obtenido es debido a que en el laboratorio se ha capacitado al personal y este cuenta con todas las competencias y habilidades necesarias para el desarrollo de los ensayos.

También, Concrelab S.A.S. cuenta con todos los equipos requeridos para el desarrollo del método, estos forman parte de su inventario interno y llevan un control acerca de su calibración, además cuentan con un plan de mantenimiento en el cual se asegura que los equipos que están en las instalaciones del laboratorio siempre son aptos para ser usados arrojando resultados precisos. Estos equipos cuentan también con los manuales de operación que pueden ser solicitados por cualquier operario con el objetivo de que el equipo sea utilizado de la manera correcta asegurando así el buen resultado del ensayo como la integridad del mismo equipo.

Por último, el ambiente en el cual se desarrollan los ensayos en las instalaciones del laboratorio no afecta la calidad ni el resultado de las pruebas que se ejecuten además Concrelab S.A.S realiza un seguimiento de las condiciones ambientales llevando un control de estas.

Figura 1.
Cumplimiento capítulo 6.



Nota: Cumplimiento capítulo 6.

Una vez se obtiene una calificación respecto a la norma, es de vital importancia enunciar las razones por las cuales no se cumple totalmente, estas son relativas a que en ocasiones los ensayos realizados en el laboratorio son ejecutados mas no llevan un soporte escrito o fotográfico para comprobar su estado, otra razón importante es que a pesar de que se lleva un inventario de los equipos, algunos equipos en el laboratorio no cuentan con etiquetas de identificación para facilitar su uso.

Ahora bien, se verifica el estado del laboratorio para determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido de frente a la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017 específicamente sobre el capítulo 7, en este se presenta un grado de aceptación del 84% como se presenta en la Figura 2. Este grado de verificación se debe a que Concrelab S.A.S. presta un servicio a sus clientes de forma individual y personalizada de forma que cada cliente pueda definir sus propios requisitos así garantizando que el ensayo se desarrolle en los parámetros estipulados por él.

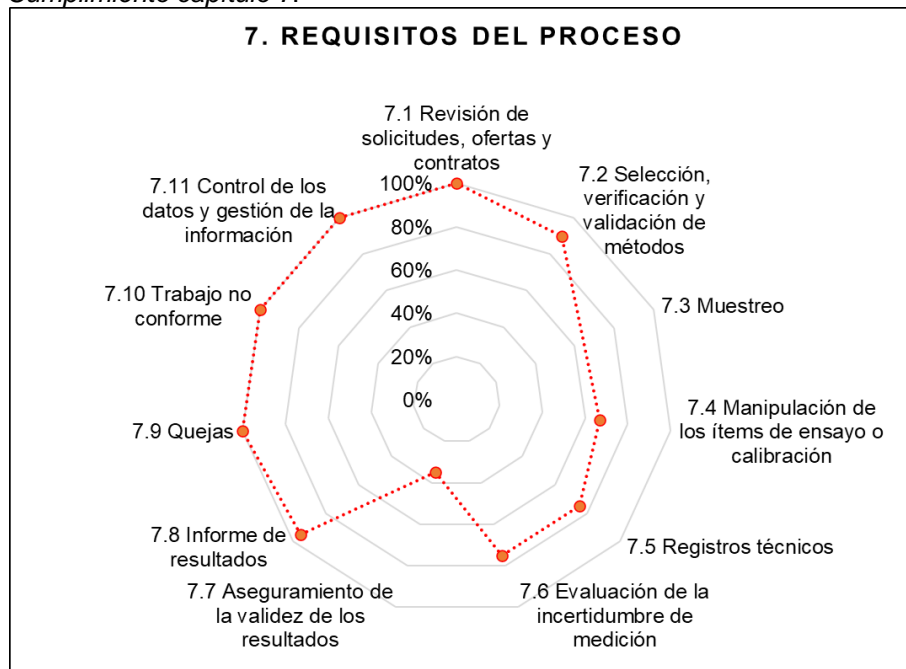
Para el desarrollo del método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido de se debe seguir la normativa más actualizada que en este caso corresponde a la norma técnica NTC–3726.

Concrelab S.A.S. presenta una política de manejo de muestras bastante estricta en la que se asegura que desde recibir la muestra por parte del cliente hasta la devolución de esta se presente un registro asegurando la integridad y preservación de la muestra. Este registro permite que no se presente confusiones en las muestras y así asegurar la buena finalización del ensayo.

Una vez el cliente requiere la entrega de los resultados, Concrelab S.A.S. realiza un proceso de validación en el que debe ser revisado el ensayo por el funcionario que realizo el ensayo y un funcionario externo, esto con el objetivo de evitar cualquier error de interpretación y así presentar los resultados de forma precisa.

Cuando el cliente ya obtiene los resultados por parte del laboratorio, este puede presentar la satisfacción o no del ensayo, en el que se evalúa la calidad, coherencia y requisitos previamente acordados con el fin de que tanto el cliente como Concrelab S.A.S. terminen en buen acuerdo el ensayo realizado.

Figura 2.
Cumplimiento capítulo 7.



Nota: Cumplimiento capítulo 7.

Finalmente, y una vez es culminado el ensayo para para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido de acuerdo con la norma técnica NTC–3726 es importante resaltar las razones por las cuales no se está cumpliendo a cabalidad la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017, en estos se resalta que el no cumplimiento está relacionado con la incertidumbre de los resultados del método determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido.

Una vez es completado el análisis del estado actual del laboratorio para determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido de acuerdo con la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017 se evidencia que

existen diferentes inconformidades, las cuales se atribuyen a dos categorías, gestión y tiempo.

2.2 Acciones correctivas

Generando cumplimiento al segundo objetivo planteado se presentan las acciones correctivas para validar que el método de ensayo la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido cumpla con los requisitos de la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017 en las instalaciones del laboratorio de Concrelab S.A.S.

Como se mencionó anteriormente, el incumplimiento de diferentes ítems de la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017 ha generado una serie de inconformidades las cuales es importante generar un plan de mejora con el fin de que en futuras evaluaciones ya sean cumplidas a cabalidad y estas no afecten con el buen desarrollo del ensayo.

Para ello se planteó un plan de acción en el que se evidencia cada inconformidad con una serie de actividades dando así cumplimiento de la norma. Estas actividades están dirigidas a los responsables directos de cada ítem, además se plantean objetivos viables y se socializan con todos los involucrados. Ahora, se define por cada numeral de la norma las acciones pertinentes.

- 6.2 Personal:
 - Definir agenda de reuniones sistemáticas.
 - Crear un cronograma de reuniones de forma semanal.
 - Realizar las actas de reunión.
 - Notificar a recursos humanos la necesidad de nuevo personal.
 - Presentar necesidad a la Gerencia General para aprobación de incorporación de personal requerido.

- Capacitar al nuevo personal, y realizar pruebas para comprobar su aptitud.
 - Identificar las necesidades de mantenimiento de los equipos.
- 7.2 Selección, verificación y validación de métodos:
 - Definir el objetivo y alcance de la verificación para los ensayos.
 - Identificar los reactivos, equipos y materiales.
 - Construir el diseño de experimentos para el ensayo.
 - Ejecutar el diseño de experimentos para el ensayo.
 - Análisis de resultados y Validación de estado de verificación.
- 7.5 Registros técnicos y 7.6 Evaluación de la incertidumbre de medición:
 - Identificar el objetivo y alcance del plan.
 - Definir las fuentes de incertidumbre.
 - Estructurar el diseño experimental del plan.
 - Validar los resultados obtenidos.
 - Generar la documentación del plan, la ejecución de los experimentos y resultados.
 - Expedir la incertidumbre del ensayo.
 - Incluir el grado de incertidumbre en los informes expedidos a los clientes.

Ahora bien, el cronograma planteado por Concrelab S.A.S. para ejecutar las acciones correctivas propuestas se encuentra fuera del alcance del proyecto de grado.

3. METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN

En este capítulo se establece la metodología por la cual se desarrolla el proceso de validación del método, en esta se destacan los equipos, reactivos, procedimientos y parámetros usados su validación. Esto con el objetivo de enumerar y señalar los aspectos mínimos para el desarrollo del método de ensayo para la obtención del contenido de cemento en mezclas endurecidas de acuerdo con la norma NTC-3726 en las instalaciones de Concrelab S.A.S.

3.1 Selección del método

Es indispensable para el desarrollo del proyecto que sea realizado en el laboratorio de ensayos de Concrelab S.A.S. por tal motivo se realizó un análisis de las diferentes fuentes y procedimientos usados para obtención del contenido de cemento en mezclas endurecidas basados en la norma NTC-3726. Posterior a ello se definió la ruta la cual consiste en el cálculo de contenido de cemento mediante el contenido de sílice soluble en la muestra.

3.2 Reactivos, equipos y materiales

A continuación, en la Tabla 1 se presentan los reactivos utilizados en el ensayo.

Tabla 1.
Insumos

| Insumos | Cantidad |
|----------------------------------|----------|
| Concreto * | 6 g |
| Ácido clorhídrico (HCl) 23 %** | 500 mL |
| Agua (H ² O) | 4 L |
| Hidróxido de sodio (NaOH) 98%*** | 15 g |

Nota: * Por ensayo (se requieren 5 ensayos, con variación en la concentración de cemento Pórtland)

** Dilución realizada por los investigadores

*** Proveedor





Una vez son definidos los reactivos y las cantidades usadas en el ensayo es necesario establecer cuáles son los equipos requeridos, estos se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2.
Equipos

| Equipo | Imagen | Especificaciones |
|------------|---|---|
| Balanza |  | No. Inventario: 311 Nombre: balanza electrónica 120g Marca: PRECISA Modelo: 360 ES-120A Serie: (4603237)3609237-001 |
| Horno |  | No. Inventario: 00086 Nombre: Horno Pinzuar de Tamb + 5°C -200°C Marca: PINZUAR Modelo: PG-190 |
| Tamiz |  | No. Inventario: 17101 Nombre: Tamiz No. 10 Marca: J. Bolaños Modelo: Standard ASTME-11. Serie: N/A |
| Baño maría |  | No. Inventario: 316 Nombre: baño maría de precisión Marca: FISHER SCIENTIFIC Modelo: FSGPD05 Serie: 300163895 |

Nota: Equipos usados






Tabla 3.
Equipos (continuación)

| Equipo | Imagen | Especificaciones |
|----------------|---|---|
| Triturador |  | No. Inventario: 21061 Nombre: Camisa de trituración |
| Embudo Büchner |  | No. Inventario: 251 Nombre: Embudo Büchner |
| Mufla |  | No. Inventario: 356343 Nombre: Mufla T máx. 1200 Marca: PINZUAR Modelo: PG-120 |
| Papel tornasol |  | No. Inventario: 0058 Nombre: Papel tornasol |

Nota: Equipos usados (continuación)

Luego de mencionar los equipos utilizados en el proceso, se presentan en la Tabla 3, los materiales requeridos para el ensayo.

Tabla 4.
Materiales.

| Material | Imagen |
|-----------------|---|
| Vidrio de reloj |  |
| Papel filtro |  |
| Beakers 500 mL |  |
| Crisol |  |
| Pinzas |  |

Nota: Materiales usados

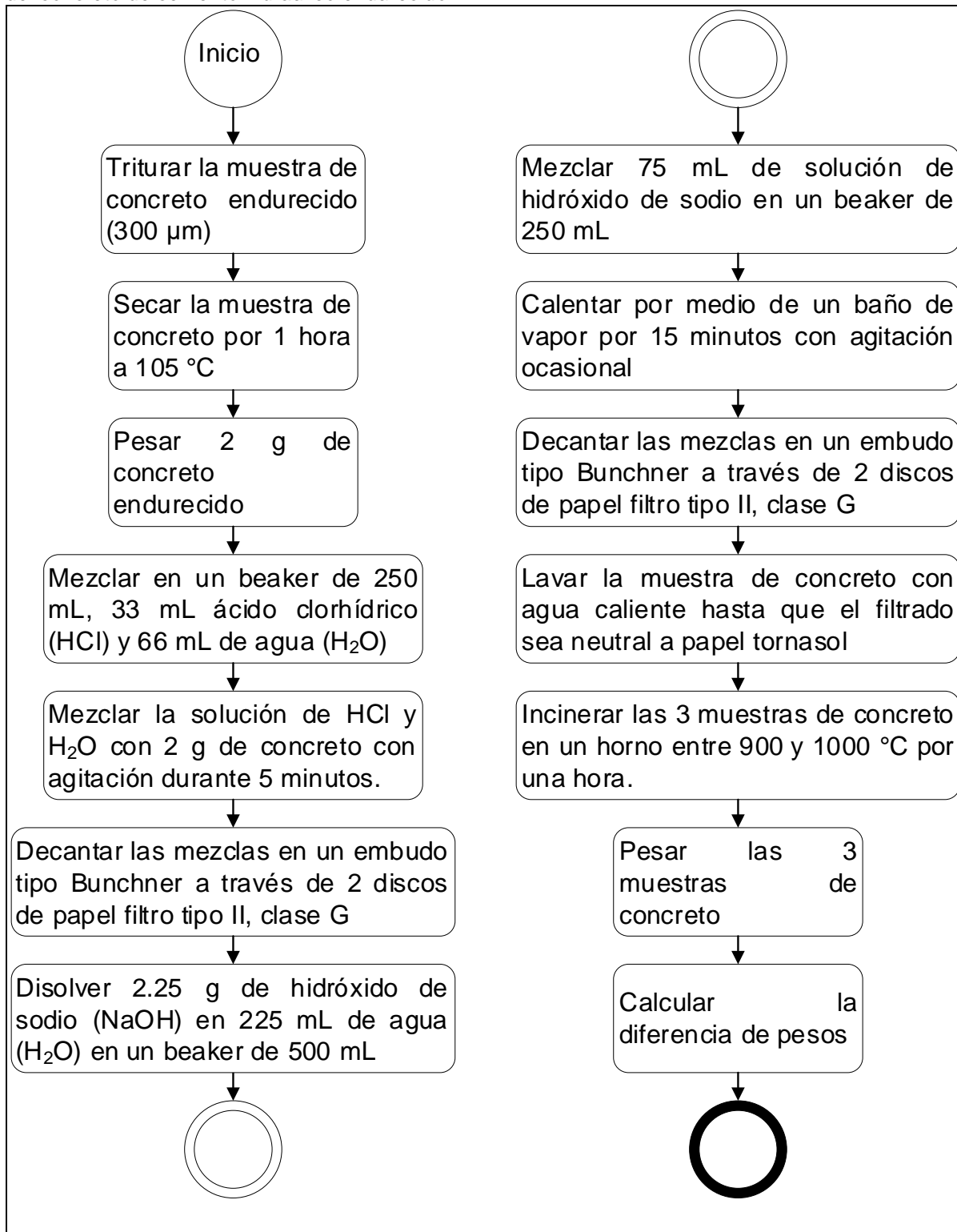
3.3 Procedimiento

En este sub capítulo se presentan los procedimientos requeridos para el desarrollo correcto del método de ensayo para la obtención del contenido de cemento en mezclas endurecidas de acuerdo con la norma NTC-3726 en las instalaciones de Concrelab S.A.S.

Se desea aclarar que el procedimiento descrito a continuación se basa en las normas NTC-3726, ASTM C1084 y ASTM C 114. El procedimiento descrito hace referencia a un ensayo con una concentración de cemento Pórtland conocida, para el cumplimiento de los parámetros de validación es necesario replicar el ensayo con 5 concentraciones de cemento Pórtland diferentes.

Figura 3.

Diagrama de flujo del procedimiento para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido



Nota. Procedimiento

- Triturar la muestra de concreto endurecido (cada ensayo requiere 6 gramos) hasta que pase por un tamiz de 300 μm .

Figura 4.
Paso 1 Trituración



Nota. Proceso de trituración de las muestras de cemento

- Secar la muestra de concreto por 1 hora a 105 °C.

Figura 5.
Paso 2 Secado



Nota. Proceso de secado de las muestras trituradas

- Pesar por medio de una balanza analítica 2 g de concreto endurecido. Repetir esta operación 3 veces.

Figura 6.
Paso 3 Peso de muestras



Nota. Pesar las muestras trituradas

- Mezclar en un beaker de 250 mL, 33 mL ácido clorhídrico (HCl) y 66 mL de agua (H₂O). Repetir esta operación para 3 beaker's de 250 mL.

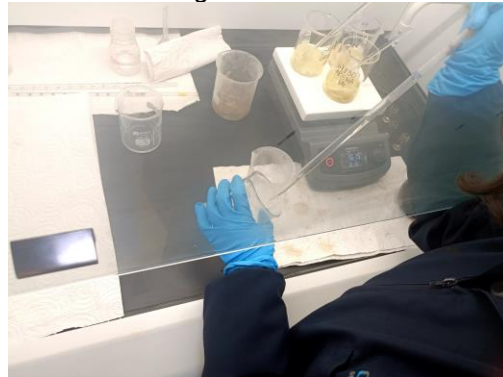
Figura 7.
Paso 4 Mezcla Agua-Ácido Clorhídrico



Nota. Mezcla Agua pura

Figura 8.

Paso 4 Mezcla Agua-Ácido Clorhídrico 2



Nota. Mezcla con 33 mL ácido

- Mezclar la solución de HCl y H₂O con 2 g de concreto con agitación durante 5 minutos. Repetir esta operación para cada beaker. En este punto reacciona el ácido previamente mezclado con el carbonato de calcio (CaCO₃) generando un precipitado de cloruro de calcio (CaCl₂) de forma que se disminuye la resistencia del cemento.

Figura 9.
Paso 5



Nota. Mezcla con agitación

- Decantar las mezclas del paso anterior en un embudo tipo Bunchner a través de 2 discos de papel filtro tipo II, clase G o F.

Figura 10.
Paso 6 Decantado 1



Nota. Instalaciones Concrelab S.A.S.

- Disolver 2.25 g de hidróxido de sodio (NaOH) en 225 mL de agua (H₂O) en un beaker de 500 mL.

Figura 11.
Paso 7 Disolución NaOH



Nota. Instalaciones Concrelab S.A.S.

- Mezclar 75 mL de solución de hidróxido de sodio (NaOH) con papel filtro usado previamente (2 g de concreto endurecido) en 1 beaker de 250 mL. Repetir esta operación para 3 beaker's de 250 mL. El objetivo de agregar NaOH es neutralizar el hidrogeno libre presente en la mezcla.
- Calentar por medio de un baño de vapor las mezclas del paso anterior por 15 minutos con agitación ocasional.

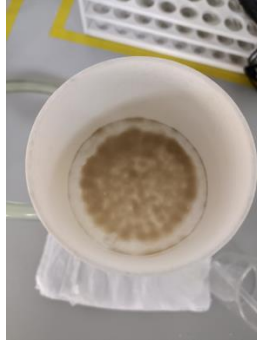
Figura 12.
Paso 9 Calentamiento



Nota. Instalaciones Concrelab S.A.S.

- Decantar las mezclas del paso anterior en un embudo tipo Bunchner a través de 2 discos de papel filtro tipo II, clase G o F.

Figura 13.
Paso 10 Decantado 2



Nota. Instalaciones
Concrelab S.A.S.

- Lavar la muestra de concreto con agua (H_2O) caliente hasta que el filtrado sea neutral a papel tornasol.

Figura 14.
Paso 11 Lavado



Nota. Instalaciones
Concrelab S.A.S.

- Incinerar las 3 muestras de concreto (total 6 g) en un horno entre 900 y 1000 °C por una hora.

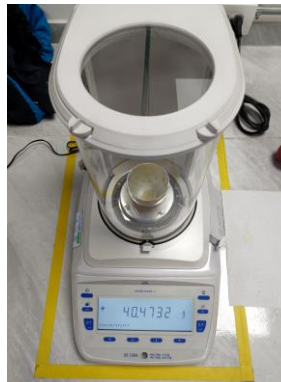
Figura 15.
Paso 12 Incineración



Nota. Instalaciones Concrelab S.A.S.

- Pesar las 3 muestras de concreto (total 6 g) con una balanza analítica.

Figura 16.
Paso 13 Peso final



Nota. Instalaciones Concrelab S.A.S.

- Calcular la diferencia de pesos. Finalmente, y como resultado de la incineración de las muestras a 1000 °C y el procedimiento realizado anteriormente, se obtiene el dióxido de silicio.

Una vez se obtiene el contenido de sílice para cada muestra, y partiendo de la norma NTC-3726 se calcula cual es el porcentaje de cemento C_s , dividiendo el porcentaje de sílice en el concreto entre el porcentaje de sílice en el cemento y se multiplica por 100. (Si el valor del sílice del cemento es desconocido, se asume 21%).

3.4 Parámetros de validación

Ahora es indispensable definir qué parámetros de validación serán objeto de estudio para la determinar si el ensayo para la obtención del contenido de cemento en mezclas endurecidas de acuerdo con la norma NTC-3726 en las instalaciones de Concrelab S.A.S. es validado o no.

3.4.1 Linealidad

La determinación de la linealidad de un método analítico permite describir la relación proporcional entre la concentración del analito en la muestra y el resultado del método (ensayo) [15]. La evaluación de este parámetro se realiza a través del análisis del coeficiente de correlación (r) [16] [17] y para su estimación se utiliza el método de regresión por mínimos cuadrados [18], el cual se representa en las siguientes ecuaciones.

Ecuación 4.

Expresión matemática de una línea recta

$$y = a_0 + a_1x$$

Nota. Expresión que representa una línea recta. Tomado de S. Chapra and R. Canale, Métodos numéricos para ingenieros, 7ma ed. México D.F., México: McGraw-Hill Education, 2015.

Donde a_0 y a_1 son coeficientes que representan el intercepto con el eje y y la pendiente, respectivamente [18]. Ahora bien, para determinar dichos coeficientes se utilizan la Ecuación 5 (en esta np representa el número de pareja de puntos) y la

Ecuación 6 (en esta \bar{y} y \bar{x} representan los promedios de los valores de y y x , respectivamente; los cuales se calculan con la Ecuación 4 [19]).

Ecuación 5.

Fórmula para la determinación de la pendiente

$$a_1 = \frac{np \sum(x_i y_i) - (\sum x_i)(\sum y_i)}{np \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

Nota. Fórmula utilizada para el cálculo de la pendiente de una línea recta utilizando el método de mínimos cuadrados. Tomado de S. Chapra and R. Canale, Métodos numéricos para ingenieros, 7ma ed. México D.F., México: McGraw-Hill Education, 2015.

Ecuación 6.

Fórmula para la determinación del intercepto.

$$a_0 = \bar{y} - a_1 \bar{x}$$

Nota. Fórmula utilizada para el cálculo del intercepto de una línea recta utilizando el método de mínimos cuadrados. Tomado de S. Chapra and R. Canale, Métodos numéricos para ingenieros, 7ma ed. México D.F., México: McGraw-Hill Education, 2015.

Una vez determinados estos parámetros es posible estimar los coeficientes de correlación (r) (Ecuación 7) y de determinación (r^2) para conocer el grado de ajuste de la regresión.

Ecuación 7.

Fórmula para la determinación del valor promedio.

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} \quad \bar{y} = \frac{\sum y_i}{n}$$

Nota. Fórmula utilizada para el cálculo del valor promedio de un grupo de datos. Tomado de W. Mendenhall, R. Beaver, and B. Beaver, Introducción a la probabilidad y estadística, 13th ed. Santa Fe, México: Cengage Learning, 2010.

3.4.2 Exactitud

La exactitud se entiende cómo el nivel de “proximidad entre los resultados de la prueba obtenidos mediante el procedimiento y el valor verdadero” [16]. Este se puede determinar de diferentes formas, haciendo referencia al sesgo una de ellas es el agregado estándar que consiste en agregar a una muestra una cantidad conocida de analito, evaluándose a través del porcentaje de recuperación (%R) [17]

Ecuación 8.

Determinación del porcentaje de recuperación (%R).

$$\%R = \frac{Y(\text{valor respuesta})}{X(\text{valor real})} * 100\%$$

Nota. Fórmula utilizada para el cálculo del porcentaje de recuperación. Tomado de. O. Viera Ribot and S. Morales Fernández, “Verificación interna y aplicación del método oficial para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP) en sedimentos,” Rev. Cuba. Química, vol. 32, no. 3, 2020.

La AOAC International define que el porcentaje de recuperación se debe encontrar entre el 95,0% y 105,0% para que se acepte este parámetro, de modo que el criterio de aceptación de la exactitud es $95,0\% < \%R < 105,0\%$ [29][30], esto asociado al orden del nivel de concentración para el analito (0,2%) establecido en el artículo 610/13 de las normas INVIAS.

3.4.3 Precisión

La precisión se define como “el grado de concordancia entre los resultados de las muestras individuales cuando se aplica el procedimiento repetidamente a múltiples muestreos de una muestra homogénea, expresando el grado de dispersión entre la serie de mediciones” [16]. Este parámetro está comprendido por la repetibilidad y reproducibilidad.

3.4.3.a Repetibilidad. La repetibilidad expresa la precisión bajo las mismas condiciones de operación en un periodo corto de tiempo [16]. Esta se evalúa a través de la determinación del coeficiente de variación (%CV) utilizando la Ecuación 9 y la Ecuación 10.

Ecuación 9.

Cálculo de la desviación estándar (s).

$$s = \sqrt{\frac{\sum((y_i - \bar{y})^2)}{n - 1}}$$

Nota. Fórmula utilizada para el cálculo de la desviación estándar de un grupo de datos. Tomado de W. Mendenhall, R. Beaver, and B. Beaver, Introducción a la probabilidad y estadística, 13th ed. Santa Fe, México: Cengage Learning, 2010.

Ecuación 10. Cálculo del coeficiente de variación (%CV).

$$\%CV = \frac{s}{\bar{y}} * 100\%$$

Nota. Fórmula utilizada para el cálculo del coeficiente de variación d un grupo de datos. Tomado de W. Mendenhall, R. Beaver, and B. Beaver, Introducción a la probabilidad y estadística, 13th ed. Santa Fe, México: Cengage Learning, 2010.

La AOAC International (Asociación de Comunidades Analíticas) define que el coeficiente de variación debe ser menor o igual al 3,7% ($\%CV \leq 3,7\%$) como criterio de aceptación de la repetibilidad [20][21], esto asociado al orden del nivel de concentración para el analito (0,2%) establecido en el artículo 610/13 de las normas INVIAS.

3.5 Descripción del ensayo

Una vez se definen los parámetros de validación para el ensayo, se desarrolla el diseño de experimentos, el cual parte de la elaboración de las muestras de concreto, estas parten de un contenido de cemento conocido como se muestra en la tabla 4.

Tabla 5.
Contenido de cemento muestra real

| Densidad (lbm/gal) | Contenido de cemento (%) |
|--------------------|--------------------------|
| 14,5 | 62,3 |
| 15,0 | 65,1 |
| 15,5 | 67,7 |
| 16,0 | 70,2 |
| 16,5 | 72,0 |

Nota. Contenido de cemento

Los valores iniciales se definen debido a que el rango entre 14,0 ppg y 16,5 lbm/gal son los tipos de concreto más usados en la industria tanto de la construcción como petrolera. Dichas muestras fueron preparadas por una empresa externa que asegura y calcula el valor real de la muestra en el momento de la preparación. De cada muestra se seleccionan 2 gramos de cemento para realizar una réplica. Posteriormente se calcula el contenido de cemento en cada muestra haciendo uso de la norma NTC-3726.

4. EVALUACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE VALIDACIÓN

Con el objetivo de culminar el tercer objetivo propuesto, en el presente capítulo se presentan los resultados obtenidos del proceso de validación del método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC-3726, en el cual se calcula cada parámetro y definiendo si es apto o no para su validación.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de los 15 ensayos propuestos, con base en los cuales se realizaron los cálculos de los parámetros y la definición de cumplimiento. Para ello se parte del porcentaje de cemento C_s promedio de cada grupo de muestras.

Tabla 6.
Resultados Contenido de cemento

| | | | | | | | | | |
|---|-----------|---------|---------|-----------|---------|---------|-----------|---------|---------|
| Porcentaje de cemento real (%) | 62,3 | | | 65,1 | | | 67,7 | | |
| Densidad (kg/m³) | 1737,4828 | | | 1797,396 | | | 1857,3092 | | |
| Replica | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| Peso del crisol solo (g) | 40,2137 | 43,3072 | 43,6691 | 42,3975 | 43,9015 | 43,412 | 45,0352 | 49,6098 | 42,9675 |
| Peso crisol + muestra incinerada (g) | 40,4732 | 43,5626 | 43,9228 | 42,6597 | 44,1546 | 43,6756 | 45,3147 | 49,8886 | 43,2486 |
| SiO₂ (g) | 0,2595 | 0,2554 | 0,2537 | 0,2622 | 0,2531 | 0,2636 | 0,2795 | 0,2788 | 0,2811 |
| Porcentaje de SiO₂ (%) | 12,975 | 12,77 | 12,685 | 13,11 | 12,655 | 13,18 | 13,975 | 13,94 | 14,055 |
| Porcentaje de cemento C_s (%) | 61,79 | 60,81 | 60,40 | 62,43 | 60,26 | 62,76 | 66,55 | 66,38 | 66,93 |
| Porcentaje de cemento real (%) | 70,2 | | | 72 | | | | | |
| Densidad (kg/m³) | 1917,2224 | | | 1977,1356 | | | | | |
| Replica | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | | | |
| Peso del crisol solo (g) | 42,3589 | 43,7007 | 44,5489 | 43,2926 | 42,3698 | 43,8346 | | | |
| Peso crisol + muestra incinerada (g) | 42,6496 | 43,9902 | 44,8422 | 43,5855 | 42,6601 | 44,1361 | | | |
| SiO₂ (g) | 0,2907 | 0,2895 | 0,2933 | 0,2929 | 0,2903 | 0,3015 | | | |
| Porcentaje de SiO₂ (%) | 14,535 | 14,475 | 14,665 | 14,645 | 14,515 | 15,075 | | | |
| Porcentaje de cemento C_s (%) | 69,21 | 68,93 | 69,83 | 69,74 | 69,12 | 71,79 | | | |

Nota. Resumen de los resultados obtenidos.

4.1 Linealidad

La curva de calibración se construyó graficando el total de los resultados obtenidos, donde cada pareja de puntos se compone del contenido de cemento en la muestra (x) y la respuesta del método (y). Al analizar las 5 parejas de puntos y se calculó el valor de

la pendiente, intercepto y coeficiente de correlación, cuyos resultados se presentan en la Tabla 6.

Con dichos resultados y a través de la figura 17, se puede observar que el comportamiento de los datos no se ajusta a una regresión lineal. Esta aproximación visual se puede rechazar a través del resultado obtenido del coeficiente de correlación, pues cumple con su criterio de rechazo, $r < 0,9900$.

Tabla 7.

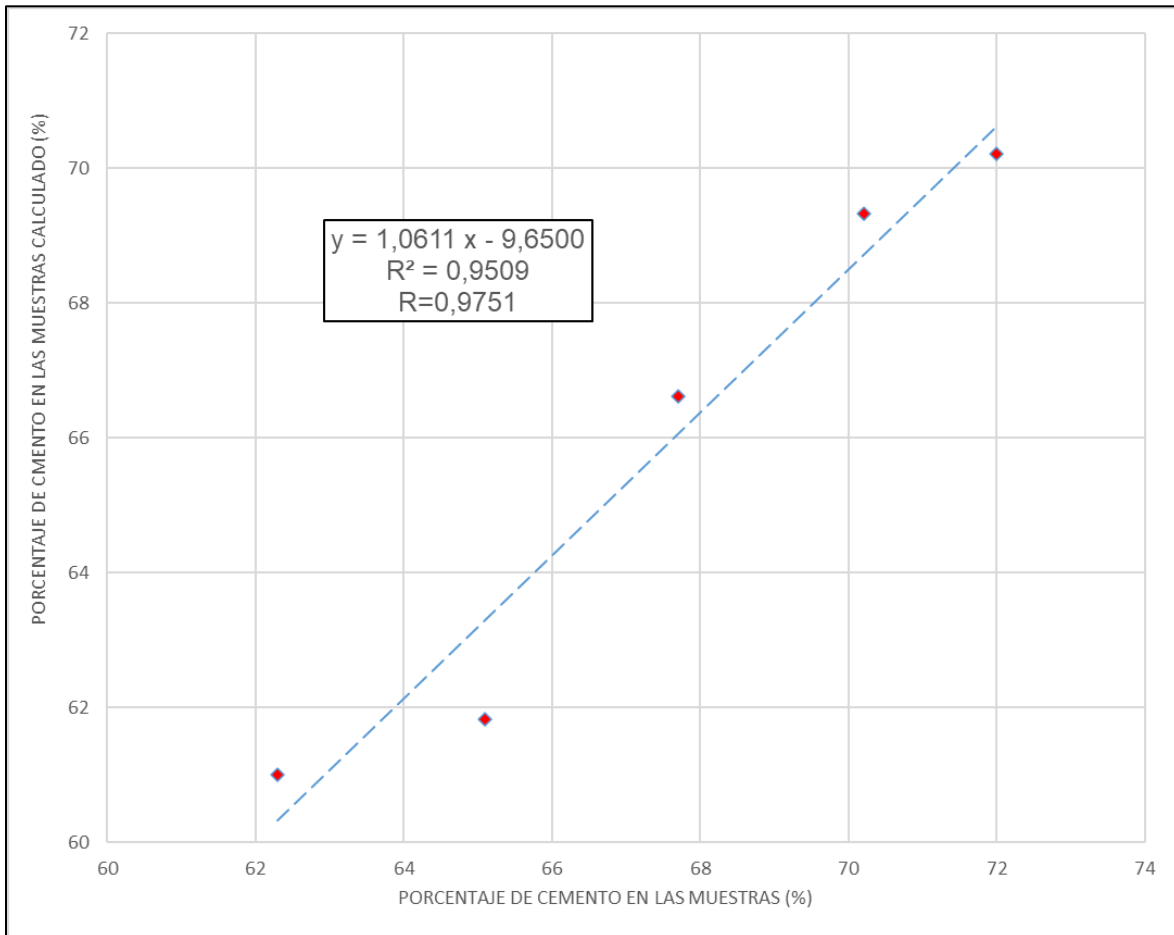
Resumen de resultados evaluación de la linealidad.

| Coeficiente de correlación, r | Coeficiente de determinación, r^2 | Criterio de aceptación | Estadístico de prueba calculado, t_{cal} | Valor crítico, t_{crit} |
|---|---|-------------------------------|--|---|
| 0,9751 | 0,9509 | 0,9900 | 7,6287 | 3,1824 |

Nota. Resumen de resultados de la evaluación de la linealidad.

Ahora bien, por medio del análisis estadístico de la correlación lineal para el comportamiento del grupo de datos según una distribución de t-Student, teniendo en cuenta que se tienen 3 grados de libertad y una incertidumbre del 5%; se corroboró que se acepta la hipótesis nula, con lo cual se define que la regresión lineal para el grupo de datos no es significativa.

Figura 17.
Curva de linealidad.



Nota. Representación de la linealidad del grupo de datos obtenidos como resultados de los experimentos.

Dado lo anterior, el parámetro de desempeño analítico de linealidad no se cumple, lo que significa que el comportamiento de los datos no es representado por una tendencia lineal.

4.2 Exactitud

La evaluación de la exactitud se realizó definiendo el porcentaje de recuperación nivel a nivel. Para definir el valor real se realizó un promedio del contenido de cemento en cada nivel y, respecto al valor experimental, se realizó un promedio del resultado de cada nivel.

Tabla 8.
Cálculos de exactitud

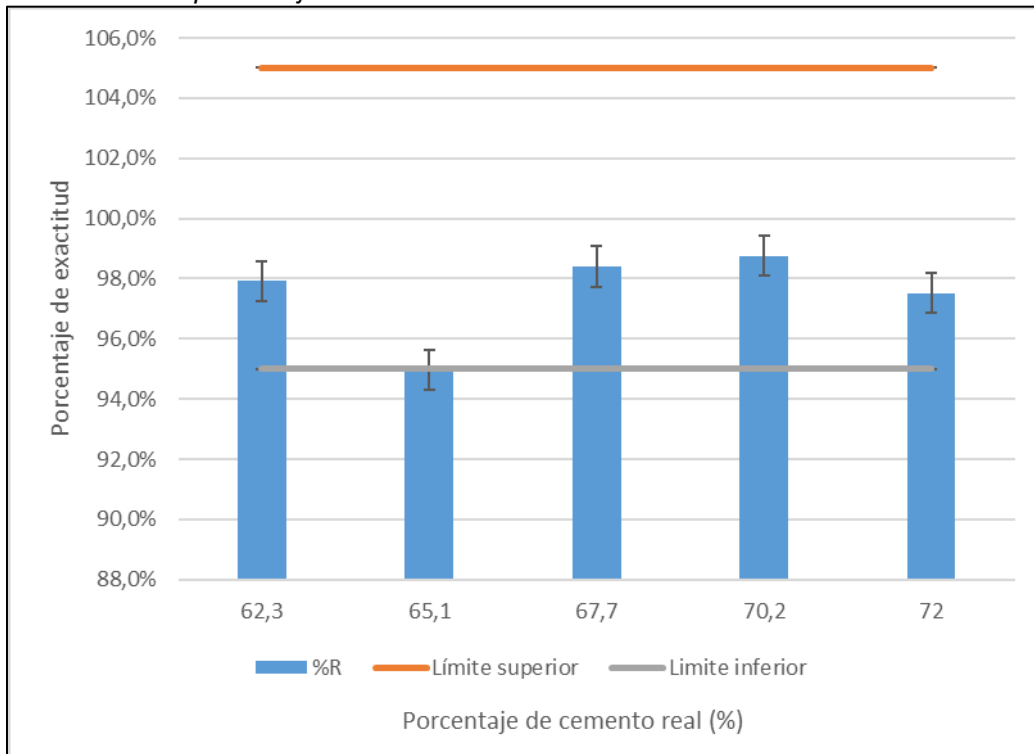
| Variable control | Promedio porcentaje de cemento | Incertidumbre | %R | %R+S | %R-S | Resultado | Límite superior | Límite inferior |
|------------------|--------------------------------|---------------|--------|--------|--------|-----------|-----------------|-----------------|
| 62,3 | 61,00 | 0,71 | 97,91% | 99,05% | 96,77% | Aceptado | 105% | 95% |
| 65,1 | 61,82 | 1,36 | 94,96% | 97,04% | 92,87% | Aceptado | 105% | 95% |
| 67,7 | 66,62 | 0,28 | 98,40% | 98,82% | 97,99% | Aceptado | 105% | 95% |
| 70,2 | 69,33 | 0,46 | 98,75% | 99,41% | 98,10% | Aceptado | 105% | 95% |
| 72 | 70,21 | 1,40 | 97,52% | 99,46% | 95,58% | Aceptado | 105% | 95% |

Nota. Resumen de datos y resultados de la exactitud.

Cómo se puede evidenciar el %R, los cinco niveles cumplen con el criterio de aceptación, en tanto que dichos valores se encuentran entre el 95,0% y el 105,0% (Figura 18), a pesar de que inicialmente el porcentaje de recuperación (%R) para un grupo de muestras no es aceptado al realizar la inclusión de la incertidumbre asociada a las muestras, esta cumple con el rango de aceptación para el parámetro.

Finalmente, el parámetro analítico de exactitud se cumple garantizando así fidelidad de cálculo en los resultados obtenidos.

Figura 18.
Resultados del porcentaje de exactitud.



Nota. Representación gráfica de los resultados de la exactitud.

4.3 Precisión

La evaluación de la precisión se realizó a través de la determinación de precisión en condiciones de repetibilidad.

4.3.1 Repetibilidad

Con el fin de determinar el grado de dispersión de los datos en condiciones de repetibilidad, se evaluó el valor medio y la desviación estándar de los resultados para cada nivel de contenido de cemento. En la Tabla 8 se encuentran los resultados obtenidos

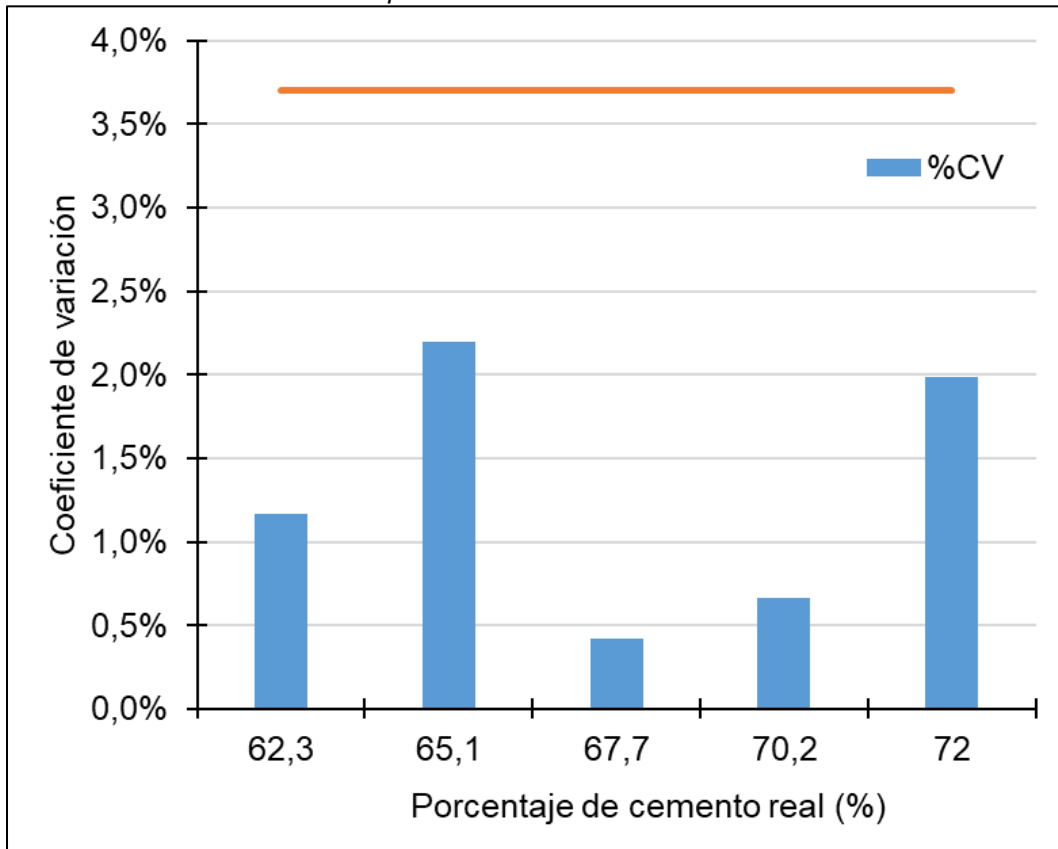
Tabla 9.
Datos para el cálculo de la precisión.

| Variable control | Promedio porcentaje de cemento | Desv. est., s | %CV | Resultado | Criterio |
|------------------|--------------------------------|---------------|-------|-----------|----------|
| 62,3 | 61,00 | 0,710 | 1,16% | Aceptado | 3,7% |
| 65,1 | 61,82 | 1,357 | 2,20% | Aceptado | 3,7% |
| 67,7 | 66,62 | 0,281 | 0,42% | Aceptado | 3,7% |
| 70,2 | 69,33 | 0,463 | 0,67% | Aceptado | 3,7% |
| 72 | 70,21 | 1,396 | 1,99% | Aceptado | 3,7% |

Nota. Resumen de datos y resultados de la precisión en condiciones de repetibilidad.

Cómo se puede evidenciar para los cinco niveles el %CV cumple con el criterio de aceptación (Figura 19), en tanto que todos los valores son menores a 3,7%, por lo que el parámetro de desempeño analítico de repetibilidad se cumple. Esto implica que las respuestas obtenidas por el ensayo bajo las mismas condiciones de operación sobre una misma muestra son homogéneas entre sí.

Figura 19.
Resultados del coeficiente de repetibilidad.



Nota. Representación gráfica de los resultados de la precisión en condiciones de repetibilidad.

Finalmente, el grado de cumplimiento que es posible determinar por los diferentes parámetros de validación es que pesar de que algunos parámetros son aceptados por sus criterios de evaluación no es posible realizar la validación del método por parte de los investigadores pues es necesario para Concrelab S.A.S presentar un ensayo en el cual todos los criterios de aceptación sean validados.

5. DOCUMENTACIÓN DEL PROCESO DE VALIDACIÓN

Con el fin de abarcar el cuarto y último objetivo planteado, en este capítulo se presenta la documentación generada en el proceso de validación del método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC–3726.

5.1 Protocolo de validación

En el protocolo de validación se asegura toda la información relevante del proceso de validación realizado, de modo que esta sea de fácil acceso para el personal y se pueda consultar en el futuro, en este se recopila principalmente la metodología llevada a cabo. Está compuesto por los siguientes ítems:

- Objetivo
- Alcance
- Responsabilidad
- Reactivos, materiales y equipos
- Metodología de validación
- Parámetros de validación
- Revisión y aprobación

PROTOCOLO DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CEMENTO PÓRTLAND DEL CONCRETO DE CEMENTO HIDRÁULICO ENDURECIDO EN EL ÁREA DE ENSAYOS QUÍMICOS DE LAS INSTALACIONES DE CONCRELAB S.A.S. DE ACUERDO CON LA NORMA TÉCNICA NTC-3726.

OBJETIVO

Establecer el protocolo de validación del método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC-3726.

ALCANCE

El documento precisa la metodología que se debe seguir para validación del método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC-3726, en el que se presentan los reactivos, materiales y procedimiento usados en el ensayo.

RESPONSABILIDAD

El almacenamiento, protección y uso del documento de validación es responsabilidad de Concrelab S.A.S

REACTIVOS

A continuación, se presentan los reactivos utilizados en el ensayo.

Tabla 10.
Insumos (Protocolo de validación)

| Insumos | Cantidad |
|--------------------------------|----------|
| Concreto * | 6 g |
| Ácido clorhídrico (HCl) 23 % | 500 mL |
| Agua (H ₂ O) | 4 L |
| Hidróxido de sodio (NaOH) 98 % | 15 g |

Nota: * Por ensayo (se requieren 5 ensayos, con variación en la concentración de cemento Pórtland)

** Dilución realizada por los investigadores

*** Proveedor

EQUIPOS

Se presentan a continuación los equipos utilizados en el ensayo para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC–3726.

Tabla 11.
Equipos (Protocolo de validación)

| Equipo | Imagen | Especificaciones |
|---------|---|--|
| Balanza |  | No. Inventario: 311 Nombre: balanza electrónica 120g Marca: PRECISA Modelo: 360 ES-120A Serie: (4603237)3609237-001 |
| Horno |  | No. Inventario: 00086 Nombre: Horno Pinzuar de Tamb + 5°C -200°C Marca: PINZUAR Modelo: PG-190 |

Nota: Equipos usados

Tabla 12.
Equipos (Protocolo de validación, continuación)






| Equipo | Imagen | Especificaciones |
|----------------|---|---|
| Baño maría |  | No. Inventario: 316 Nombre: baño maría de precisión Marca: FISHER SCIENTIFIC Modelo: FSGPD05 Serie: 300163895 |
| Mufla |  | No. Inventario: 356343 Nombre: Mufla T máx. 1200 Marca: PINZUAR Modelo: PG-120 |
| Triturador |  | No. Inventario: 21061 Nombre: Camisa de trituración |
| Embudo Büchner |  | No. Inventario: 251 Nombre: Embudo Büchner |
| Papel tornasol |  | No. Inventario: 0058 Nombre: Papel tornasol |

Nota: Equipos usados, continuación.

MATERIALES

Finalmente, se presentan los materiales usados en el ensayo.

Tabla 13.
Materiales (Protocolo de validación)

| Material | Imagen |
|-----------------|---|
| Vidrio de reloj |  |
| Papel filtro |  |
| Beakers 500 mL |  |
| Crisol |  |
| Pinzas |  |

Nota: Materiales usados

PROCEDIMIENTO

Se presenta el procedimiento que se debe llevar a cabo para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC-3726.

- Triturar la muestra de concreto endurecido (cada ensayo requiere 6 gramos) hasta que pase por un tamiz de 300 μm .

Figura 20.
Trituración (Protocolo de validación)



Nota. Proceso de trituración de las muestras de cemento

- Secar la muestra de concreto por 1 hora a 105 °C.

Figura 21.
Secado (Protocolo de validación)



Nota. Proceso de secado de las muestras trituradas

- Pesar por medio de una balanza analítica 2 g de concreto endurecido. Repetir esta operación 3 veces.

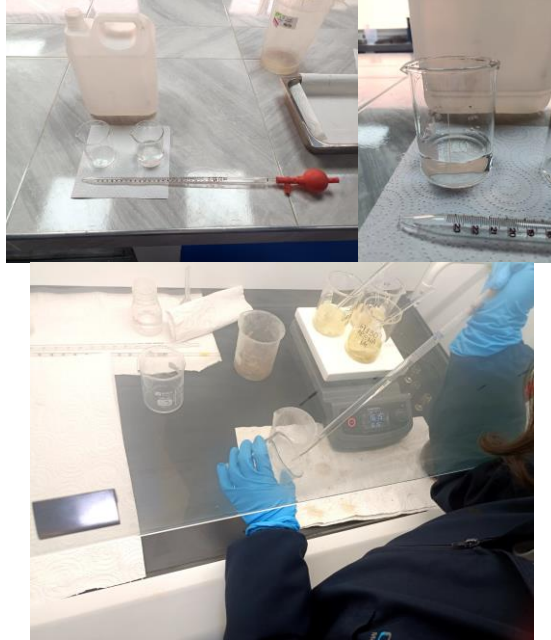
Figura 22.
Paso 3 (Protocolo de validación)



Nota. Pesar las muestras trituradas

- Mezclar en un beaker de 250 mL, 33 mL ácido clorhídrico (HCl) y 66 mL de agua (H₂O). Repetir esta operación para 3 beaker's de 250 mL.

Figura 23.
Mezcla Agua-Ácido Clorhídrico (Protocolo de validación)



Nota. Mezcla Agua pura con 33 mL ácido

- Mezclar la solución de HCl y H₂O con 2 g de concreto con agitación durante 5 minutos. Repetir esta operación para cada beaker.

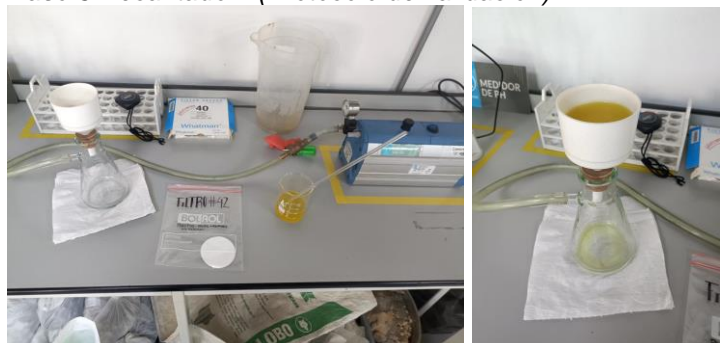
Figura 24.
Paso 5 (Protocolo de validación)



Nota. Mezcla con agitación

- Decantar las mezclas del paso anterior en un embudo tipo Bunchner a través de 2 discos de papel filtro tipo II, clase G o F.

Figura 25.
Paso 6 Decantado 1 (Protocolo de validación)



Nota. Instalaciones Concrelab S.A.S.

- Disolver 2.25 g de hidróxido de sodio (NaOH) en 225 mL de agua (H₂O) en un beaker de 500 mL.

Figura 26.
Paso 7 Disolución NaOH(Protocolo de validación)



Nota. Instalaciones Concrelab S.A.S.

- Mezclar 75 mL de solución de hidróxido de sodio (NaOH) con papel filtro usado previamente (2 g de concreto endurecido) en 1 beaker de 250 mL. Repetir esta operación para 3 beaker's de 250 mL.
- Calentar por medio de un baño de vapor las mezclas del paso anterior por 15 minutos con agitación ocasional.

Figura 27.
Paso 9 Calentamiento (Protocolo de validación)



Nota. Instalaciones Concrelab S.A.S.

- Decantar las mezclas del paso anterior en un embudo tipo Bunchner a través de 2 discos de papel filtro tipo II, clase G o F.

Figura 28.

Paso 10 Decantado 2 (Protocolo de validación)



Nota. Instalaciones
Concrelab S.A.S.

- Lavar la muestra de concreto con agua (H₂O) caliente hasta que el filtrado sea neutral a papel tornasol.

Figura 29.

Paso 11(Protocolo de validación)



Nota. Instalaciones
Concrelab S.A.S.

- Incinerar las 3 muestras de concreto (total 6 g) en un horno entre 900 y 1000 °C por una hora.

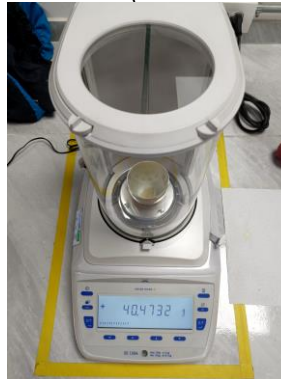
Figura 30.
Paso 12 Incineración (Protocolo de validación)



Nota. Instalaciones Concrelab S.A.S.

- Pesar las 3 muestras de concreto (total 6 g) con una balanza analítica.

Figura 31.
Peso final (Protocolo de validación)



Nota. Instalaciones Concrelab S.A.S.

- Calcular la diferencia de pesos. Finalmente, y como resultado de la incineración de las muestras a 1000 °C y el procedimiento realizado anteriormente, se obtiene el dióxido de silicio.

Una vez se obtiene el contenido de sílice para cada muestra, y partiendo de la norma NTC-3726 se calcula cual es el porcentaje de cemento C_s , dividiendo el porcentaje de sílice en el concreto entre el porcentaje de sílice en el cemento y se multiplica por 100. (Si el valor del sílice del cemento es desconocido, se asume 21%).

6. CONCLUSIONES

El diagnóstico del estado actual del laboratorio para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S. de acuerdo con la norma técnica NTC-3726 presente tiene un cumplimiento del 88%, resultado del aseguramiento de las aptitudes del personal involucrado en el proceso y el buen manejo que se presenta en los equipos y el mantenimiento de estos.

El parámetro de validación de linealidad no es aceptado puesto que el valor real frente al calculado en las diferentes réplicas del ensayo no es modelado mediante la ecuación de una línea recta, esta imprecisión en los resultados se atribuye al manejo de los reactivos durante el experimento, puesto que al disponer de bajas cantidades de cemento (2 g) cualquier cambio o pérdida es considerablemente significativa en los resultados obtenidos.

El parámetro de exactitud para el experimento es aceptado lo que implica que es posible determinar el contenido de cemento real en la muestra con el procedimiento establecido.

El coeficiente de variación para todos los niveles evaluados en el ensayo es menor al 3,7%, comprobando así que los resultados obtenidos en el método frente a la mismas condiciones de operación son homogéneos entre sí.

Se generó el protocolo de validación del para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S en el que se presenta la documentación del proceso realizado, y los elementos claves para el buen desarrollo del experimento, el cual está a disposición del laboratorio para que sea consultado en el momento que se requiera

Por último, no fue posible realizar la validación del método para la determinación del contenido de cemento Pórtland del concreto de cemento hidráulico endurecido en el área de ensayos químicos de las instalaciones de Concrelab S.A.S, puesto que los ensayos realizados con las condiciones establecidas por los investigadores no presentan resultados satisfactorios frente a los parámetros de validación, a pesar de ellos, dichos resultados son congruentes con los resultados previstos, generando un indicio de que el método puede ser validado realizando una experimentación rigurosa, enfatizando en controlar la pérdida de materia.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] CEMEX. (s. f.). Cemento - CEMEX. Corporate Home - CEMEX. <https://cutt.ly/rTRLPVb>
- [2] Argos. (s. f.). Cemento – Cementos Argos: Empresa multinacional líder y sostenible. Cementos Argos: Empresa multinacional líder y sostenible – Construimos sueños que impulsan el desarrollo y transforman vidas. Información corporativa global, innovación, sostenibilidad, inversionistas. <https://cutt.ly/7TRLKsi>
- [3] UMACON. (s. f.). ¿Qué es el cemento Portland? Construcción. <https://cutt.ly/wTRLCKG>
- [4] World Health Organization. (2011). Forty-fifth report of the WHO Expert Committee on specifications for pharmaceutical preparations. World Health Organization. <https://cutt.ly/qTRV0QR>
- [5] Nash, R. (2003). Pharmaceutical Process Validation (2a ed.). Marcel Dekker. (Obra original publicada en 1993)
- [6] Tapia, W. (2011). Validación concurrente del proceso de manufactura de clotrimazol 1g% – gentamicina sulfato 0,1g% – dexametasona acetato 0,04g% (p/p) crema tópica” [Trabajo de grado] Universidad Nacional de Trujillo.
- [7] Alarcón, A. (2014). Validación del proceso de producción de hidrocortisona crema 1% en Anglopharma S.A. Fundación Universidad de América.
- [8] Agalloco, J. (2007). Validation of Oral/Topical Liquids and Semisolids. 10.3109/9781420019797-32.
- [9] Londoño, A. (2010). Métodos analíticos para la evaluación de la calidad fisicoquímica del agua. Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales.
- [10] ISOTools. (2017, 12 de diciembre). ISO/IEC 17025: Nueva versión 2017. Software ISO. <https://cutt.ly/RTRVbhF>
- [11] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN, NTC-ISO/IEC 17025 (2017) Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. Bogotá D.C.: ICONTEC.
- [12] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN, NTC 3726:1995. Método para determinar el contenido de cemento portland del concreto hidráulico endurecido. Bogotá D.C.: ICONTEC

[13] ASTM International. Standard Test Method for Portland-Cement Content of Hardened Hydraulic-Cement Concrete. 2019.

[14] ASTM International. Standard Test Methods for Chemical Analysis of Hydraulic Cement (91.100.10). <https://doi.org/10.1520/C0114-18>. 2018

[15] J. Obando, Validación de métodos analíticos. Bogotá D.C., Colombia: INVIMA, 2018.

[16] D. Hernández Falcón, A. Fernández García, and O. Ledea Lozano, “Validación de un método analítico de determinación de dopamina por cromatografía líquida de alta resolución,” *Rev. Cuba. Farm.*, vol. 48, no. 3, pp. 371–381, 2014.

[17] B. D. Verdugo-Torres, J. A. Cubillo-Lobo, and H. A. Rojas Sarmiento, “Validation of an analytical method by GC-FID for the quantification of styrene and α -methylstyrene,” *Rev. la Acad. Colomb. Ciencias Exactas, Fis. y Nat.*, vol. 44, no. 172, pp. 828–834, Sep. 2020, doi: 10.18257/RACCEFYN.1021.

[18] S. Chapra and R. Canale, *Métodos numéricos para ingenieros*, 7ma ed. México D.F., México: McGraw-Hill Education, 2015.

[19] W. Mendenhall, R. Beaver, and B. Beaver, *Introducción a la probabilidad y estadística*, 13th ed. Santa Fe, México: Cengage Learning, 2010.

[20] AOAC – Peer-Verified Methods Program, *Manual on policies and procedures*. Rockville, Maryland, Estados Unidos: AOAC International, 1998.

[21] M. Thompson, S. Ellison, and R. Wood, “Harmonized guidelines for single laboratory validation of methods of analysis,” *Pure Appl. Chem.*, vol. 74, no. 5, pp. 835–855, 2002.

GLOSARIO

ANALITO: Sustancia química presente en un material o sistema, que es objeto de detección, identificación y cuantificación en el análisis químico de una muestra.

CEMENTO: Mezcla formada de arcilla y materiales calcáreos, sometida a cocción y muy finamente molida, que mezclada a su vez con agua se solidifica y endurece.

CALIBRAR: Ajustar, con la mayor exactitud posible, las indicaciones de un instrumento de medida con respecto a un patrón de referencia.

ENSAYO: Grupo de muestras analizadas en diferentes días que pueden ser continuos o alternos con una diferencia máxima de 3 días de ejecución.

MUESTRA: Parte o porción extraída de un conjunto por métodos que permiten considerarla como representativa de él.

VALIDACION: Demostrar que un proceso puede ser reproducido variando las condiciones y se logre el mismo resultado. A lo cual, se define como validación a documentar y probar lo establecido por las buenas prácticas de manufactura (BPM) que cualquier procedimiento, proceso, equipo, actividad o sistema de operaciones concluye con los resultados esperados.

VALIDACIÓN DEL MÉTODO: Verificación de que los requisitos establecidos cuentan con las capacidades para las aplicaciones analíticas deseadas.

ANEXO 1

Requisitos relativos a los recursos

| 6. REQUISITOS RELATIVOS A LOS RECURSOS | COMPLETO | PARCIAL | NINGUNO |
|--|-------------|---------|---------|
| 6.1 Generalidades | 100% | | |
| El laboratorio debe tener disponibles el personal, las instalaciones, el equipamiento, los sistemas y los servicios de apoyo necesarios para gestionar y realizar sus actividades de laboratorio. | X | | |
| | 1 | 0 | 0 |
| 6.2 Personal | 92% | | |
| 6.2.1 Todo el personal del laboratorio, ya sea interno o externo, que puede influir en las actividades de laboratorio debe actuar imparcialmente, ser competente y trabajar de acuerdo con el sistema de gestión del laboratorio. | X | | |
| | 12 | 0 | 1 |
| 6.3 Instalaciones y condiciones ambientales | 75% | | |
| 6.3.1 Las instalaciones y las condiciones ambientales deben ser adecuadas para las actividades del laboratorio y no deben afectar adversamente a la validez de los resultados. | X | | |
| | 3 | 3 | 0 |
| 6.4 Equipamiento | 95% | | |
| 6.4.1 El laboratorio debe tener acceso al equipamiento que se requiere para el correcto desempeño de las actividades de laboratorio y que pueden influir en los resultados. | X | | |
| | 17 | 2 | 0 |
| 6.5 Trazabilidad metrológica | 100% | | |
| 6.5.1 El laboratorio debe establecer y mantener la trazabilidad metrológica de los resultados de sus mediciones por medio de una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medición. vinculándolos | X | | |
| | 4 | 0 | 0 |

Requisitos del proceso

| 7. REQUISITOS DEL PROCESO | COMPLETO | PARCIAL | NINGUNO |
|--|-------------|---------|---------|
| 7.1 Revisión de solicitudes, ofertas y contratos | 100% | | |
| a) los requisitos se definan, documenten y comprendan adecuadamente; | X | | |
| | 10 | 0 | 0 |
| 7.2 Selección, verificación y validación de métodos | 90% | | |
| 7.2.1.1 El laboratorio debe usar métodos y procedimientos apropiados para todas las actividades de laboratorio y, cuando sea apropiado, para la evaluación de la incertidumbre de medición, así como también las técnicas estadísticas para el análisis de datos. | X | | |
| | 4 | 1 | 0 |
| 7.4 Manipulación de los ítems de ensayo o calibración | 67% | | |
| 7.4.1 El laboratorio debe contar con un procedimiento para el transporte, recepción, manipulación, protección, almacenamiento, conservación y disposición o devolución de los ítems de ensayo o calibración, incluidas todas las disposiciones necesarias para proteger la integridad del ítem de ensayo o calibración, y para proteger los intereses del laboratorio y del cliente. Se deben tomar precauciones para evitar el deterioro, la contaminación, la pérdida o el daño del ítem durante la manipulación, el transporte, el almacenamiento/espera, y la preparación para el ensayo o calibración. Se deben seguir las instrucciones de manipulación suministradas con el ítem. | X | | |
| | 2 | 0 | 1 |
| 7.5 Registros técnicos | 75% | | |
| 7.5.1 El laboratorio debe asegurar que los registros técnicos para cada actividad de laboratorio contengan los resultados, el informe y la información suficiente para facilitar, si es posible, la identificación de los factores que afectan al resultado de la medición y su incertidumbre de medición asociada y posibiliten la repetición de la actividad del laboratorio en condiciones lo más cercanas posibles a las originales. Los registros técnicos deben incluir la fecha y la identidad del personal responsable de cada actividad del laboratorio y de comprobar los datos y los resultados. Las observaciones, los datos y los cálculos originales se deben registrar en el momento en que se hacen y deben identificarse con la tarea específica. | | X | |
| | 1 | 1 | 0 |
| 7.6 Evaluación de la incertidumbre de medición | 75% | | |
| 7.6.2 Un laboratorio que realiza calibraciones, incluidas las de sus propios equipos, debe evaluar la incertidumbre de medición para todas las calibraciones. | X | | |
| | 1 | 1 | 0 |
| 7.7 Aseguramiento de la validez de los resultados | 35% | | |
| k) ensayos de muestras ciegas. | X | | |
| | 3 | 1 | 6 |
| 7.8 Informe de resultados | 95% | | |
| 7.8.1 Generalidades | | | |
| | 30 | 1 | 2 |
| 7.9 Quejas | 100% | | |
| 7.9.1 El laboratorio debe contar con un proceso documentado para recibir, evaluar y tomar decisiones acerca de las quejas. | X | | |
| | 9 | 0 | 0 |
| 7.10 Trabajo no conforme | 100% | | |
| 7.10.1 El laboratorio debe contar con un procedimiento que se debe implementar cuando cualquier aspecto de sus actividades de laboratorio o los resultados de este trabajo no cumplan con sus propios procedimientos o con los requisitos acordados con el cliente. El procedimiento debe asegurar que: | | | |
| | 8 | 0 | 0 |
| 7.11 Control de los datos y gestión de la información | 100% | | |
| 7.11.1 El laboratorio debe tener acceso a los datos y a la información necesaria para llevar a cabo las actividades de laboratorio. | X | | |
| | 8 | 0 | 0 |