
NORMA CUBANA

NC

ISO 78-2: 2020
(Publicada por la ISO en 1999)

**QUÍMICA — DISPOSICIONES PARA LAS NORMAS — PARTE 2:
METODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO
(ISO 78-2:1999, IDT)**

Chemistry – Layouts for standards – Part 2: Methods of chemical analysis

ICS: 71.040.40

2. Edición Diciembre 2020
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, La Habana. Cuba.
Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio
Web: www.ncnorma.cu



Cuban National Bureau of Standards

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC) es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

La Norma ISO 78 consta de las siguientes partes bajo el título general: *Química - Disposiciones para las normas*:

- Parte 2: Métodos de análisis químico
- Parte 3: *Standard for molecular absorption spectrometry*
- Parte 4: *Standard for atomic absorption spectrometric analysis*

NOTA: La Parte 1 fue planificada pero no publicada.

Esta Parte 2 de la Norma Cubana NC-ISO 78:

- Ha sido elaborada por la Dirección de Normalización de la Oficina Nacional de Normalización.
- Es una adopción idéntica por el método de traducción de la Norma Internacional ISO 78-2:1999 *Chemistry – Layouts for standards – Part 2: Methods of chemical analysis*.
- Sustituye a la NC-ISO 78-2: 2004 de igual título, la cual ha sido técnicamente actualizada, incorporándose la Introducción de la norma adoptada y además, presentando como cambios editoriales la sustitución de “Esta Norma Internacional” por “Esta Norma Cubana”, se actualizan las Referencias Normativas y se agregan normas referenciadas en el texto.
- Incluye el Anexo A (normativo), así como el B y C (informativos).

© NC, 2020

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba

Introducción

Se recomienda redactar las normas relativas a los métodos de análisis químico conforme a la NC 1 en lo concerniente a las indicaciones generales y aplicando las disposiciones que se detallan más adelante.

Al utilizar estas disposiciones, siempre es conveniente recordar que se trata de una guía. Debe adaptarse para satisfacer cualquier requisito especial. No todas las subdivisiones proporcionadas pueden ser necesarias: las no requeridas no deben tenerse en cuenta.

Con el objetivo de ayudar a resolver los problemas de redacción y de presentación en la elaboración de las normas de métodos de análisis químico, el Comité ISO/TC 47 ha establecido una serie de diseños de normas para:

- métodos normalizados de análisis químico, con comentarios relacionados a su aplicación (ISO 78-2);
- análisis instrumentales, con comentarios relativos a su aplicación (ISO 78-3 y ISO 78-4).

Es conveniente que una norma de producto químico constituya un todo coherente. Además de especificar las características requeridas del producto, debería declarar cómo determinar estas características. Un método normal de análisis químico (método de ensayo) puede incorporarse en el texto de una norma para un producto químico. Los métodos de ensayo pueden ser presentados como artículos separados, como anexos o como partes separadas. Sin embargo, un método de ensayo normalmente se emitirá como una norma separada si es susceptible de ser citada como referencia en otras normas. Esto acortará el texto de la norma para el producto químico; y, si existe un método general de análisis químico aplicable al producto, la norma del producto puede simplemente referirse al mismo.

La unificación de la presentación y la redacción de las normas aseguran

- no olvidar ningún punto importante en el curso de elaboración de la norma;
- clasificar siempre de la misma manera las diferentes observaciones que figuran en la norma;
- encontrar rápidamente el artículo buscado, independientemente del origen o del campo de aplicación de la norma; este punto es particularmente importante en los casos de traducción de una parte del texto o de comparación de dos textos;
- simplificar, racionalizar y normalizar los métodos, reactivos y equipos utilizados en los laboratorios de ensayo;
- redactar cada norma u otro documento normativo elaborado en este campo en términos tan claros como sea posible.

1 Objeto

Esta parte de la NC-ISO 78 especifica un conjunto de principios aplicables a las disposiciones para la elaboración de normas de métodos de análisis químico. También puede ser utilizada para otros métodos de ensayo.

2 Referencias normativas

Los siguientes documentos normativos contienen disposiciones que, mediante referencia en este texto, constituyen mandatos de esta parte de la NC-ISO 78. Para las referencias fechadas, no se aplican las enmiendas subsecuentes o revisiones de estas publicaciones. Sin embargo, las partes encargadas de los acuerdos basados en esta parte de la NC-ISO 78 se instan a investigar acerca de la posibilidad de aplicar las ediciones más recientes de los documentos normativos expuestos a continuación. Para las referencias no fechadas, se aplica la edición más reciente del referido documento normativo.

NC 1, Reglas para la estructura, redacción y edición de las Normas Cubanas y otros documentos relacionados.

NC-ISO 3696, Agua para uso en análisis de laboratorio - Especificación y método de ensayo

ISO 80000 (todas las partes), Magnitudes y unidades

IEC 80000 (todas las partes), Magnitudes y unidades [Adoptadas como Normas Cubanas las Partes 6 y 13]

ISO 5725 (todas las partes), Exactitud (veracidad y precisión) de métodos de medición y resultados [Adoptada como Norma Cubana la Parte 1]

3 Términos y definiciones

Para los fines de esta parte de la NC-ISO 78 se aplican los siguientes términos y definiciones:

3.1

muestra de laboratorio

muestra preparada para enviarse al laboratorio y ser inspeccionada o comprobada.

[Basado en la ISO 6206]

3.2

muestra de ensayo

muestra preparada, tomada de la muestra del laboratorio, y de la cual se obtendrán porciones para ensayos.

[Basado en la ISO 6206]

3.3

porción para ensayos

la cantidad de material retirado de la muestra de ensayo (o de la muestra de laboratorio, en caso de que ambos sean lo mismo), y sobre la cual se realiza en realidad la observación o comprobación.

[Basado en la ISO 6206]

3.4**solución volumétrica normal**

solución para el análisis titrimétrico, cuya concentración se conoce con precisión

3.5**solución de referencia normal**

solución utilizada como solución de referencia para calibrar otras soluciones

NOTA 1 Se prepara partiendo de una solución primaria o calibrada por otros medios.

NOTA 2 Muchas soluciones de referencia normal que pueden utilizarse para preparar soluciones normales están comercialmente disponibles.

3.6**solución normal**

solución de la concentración exacta conocida de un elemento, un ión, un compuesto o un grupo derivado de una sustancia utilizada para su preparación

3.7**solución normal equivalente**

solución cuyas características pertinentes se conocen o definen (por ejemplo: color, turbidez), y se utiliza para evaluar la solución de ensayo con relación a esa característica

NOTA 1 El término solución normal equivalente se utiliza únicamente como un término genérico para estas soluciones, y cada solución se define usualmente de forma más precisa por el adjetivo apropiado (por ejemplo, "solución normal colorimétrica", "solución normal turbidimétrica")

NOTA 2 Puede prepararse a partir de soluciones mencionadas anteriormente o de otras soluciones que contengan la característica requerida.

NOTA 3 El método de preparación de las soluciones normales equivalentes normalmente se ofrece en el apartado "Calibración" (véase A.13.7)

3.8**precisión**

proximidad de acuerdo entre los resultados del ensayo independientes obtenidos bajo las condiciones estipuladas

[Basado en la ISO 5725-1]

3.9**exactitud**

proximidad del acuerdo entre un resultado de ensayo y un valor de referencia aceptado

NOTA El término exactitud, cuando se aplica a un conjunto de resultados de ensayo, abarca una combinación de componentes aleatorios, un error sistemático común o un componente de preferencia

[Basado en la ISO 5725-1]

3.10**repetibilidad**

precisión en condiciones de repetibilidad.

[Basado en la ISO 5725-1]

3.11**condiciones de repetibilidad**

condiciones donde se obtienen resultados de ensayo independientes utilizando el mismo método, para idénticos materiales de ensayo, en el mismo laboratorio, por el mismo analista, utilizando el mismo equipo en cortos períodos de tiempo

[Basado en la ISO 5725-1]

3.12**límite de repetibilidad**

valor menor o igual al que la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo obtenidos en condiciones de repetibilidad puede esperarse que tenga una probabilidad de un 95 %

NOTA El símbolo utilizado es *r*.

[Basado en la ISO 5725-1]

3.13**reproducibilidad**

precisión en condiciones de reproducibilidad

[Basado en la ISO 5725-1]

3.14**condiciones de reproducibilidad**

condiciones donde se obtienen resultados de ensayo independientes, con el mismo método de análisis, para idénticos materiales de ensayo, en diferentes laboratorios, con analistas diferentes, utilizando equipos diferentes

[Basado en la ISO 5725-1]

3.15**límite de reproducibilidad**

valor menor o igual al que la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo obtenidos en condiciones de repetibilidad puede esperarse que tenga una probabilidad de un 95 %

NOTA El símbolo utilizado es *R*.

[Basado en la ISO 5725-1]

4 Cantidades, unidades y símbolos**4.1 Generalidades**

Las magnitudes, unidades, signos y símbolos matemáticos para magnitudes que se especifican en la ISO 80000 (todas las partes) y la IEC 80000 (todas las partes) deben ser utilizadas siempre que sea posible.

Los símbolos de las unidades de medida deben ser utilizados si están precedidos por un número expresado en cifras. En otros casos, estas unidades se escriben preferiblemente fuera por completo, excepto cuando se utilizan en dibujos, gráficos y en encabezamientos de columnas en las tablas.

NOTA: El símbolo o/oo (“por mil”) se utiliza para el número 0,001. Preferiblemente este símbolo debe evitarse.

Debido a que por ciento y por mil son números, en principio, no tiene sentido hablar acerca de por ciento por masa o por ciento por volumen. Por consiguiente, la información adicional, como % (m/m) o % (V/V) preferiblemente, no debe unirse al símbolo para unidades. La forma más utilizada para expresar una fracción de masa o volumen resulta: “la fracción de masa (o volumen) es 0,75”, ó la “fracción de masa (o volumen) es de un 75%”. Las fracciones de masa o volumen se pueden expresar, además, como: 5 µg/g y 4,2 mL/m³, respectivamente. Las abreviaturas, tales como: ppm, pphm y ppb no deben ser utilizadas.

4.2 Selección de métodos de ensayo

Mientras sea posible, se deben adoptar los mismos métodos de ensayo para una determinada característica o propiedad de productos químicos relacionados, en todas las normas, y su redacción deben resultar lo más similar posible. Esto no se aplica para ciertas industrias, en caso de que, en alguna en particular, esta regla resulte contraria a una práctica justificada y bien establecida que es deseable mantener.

4.3 Nomenclatura química

Las recomendaciones preparadas por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC), acerca de la nomenclatura de productos químicos de alta pureza y sobre la forma de escritura e impresión de sus nombres, deberían aplicarse preferiblemente; por ejemplo: la nomenclatura IUPAC para compuestos orgánicos. Si existieran, se les deben otorgar números en el Servicio de Registros de Química Abstracta (Números CAS)- ver apartado A.10. Se aconseja colocar el nombre ordinario del reactivo entre paréntesis, posterior al nombre asignado por IUPAC, en caso de que exista el primero. En el resto del texto se podrá utilizar tanto el nombre de la IUPAC como el ordinario, aunque se debe utilizar el mismo nombre durante todo el resto del texto.

La utilización de nombres de comerciante / propietario se debe evitar, aun cuando éstos sean de uso común.

En el caso de productos químicos comerciales (productos químicos esenciales de uso industrial), el nombre ordinario debería aparecer en el título y en el capítulo “Objeto” de la norma; el nombre IUPAC correspondiente al producto puro debería aparecer entre paréntesis, posterior al nombre ordinario; aunque en lo adelante se debe utilizar el nombre ordinario solamente.

El uso de símbolos para productos químicos se debe limitar estrictamente a las fórmulas químicas y a los símbolos utilizados para indicar cantidades, por ejemplo: c(H₂SO₄). En textos disponibles, se deben utilizar nombres completos.

4.4 Valores numéricos y tolerancias

Cuando se exprese una magnitud, por ejemplo: una temperatura o un período de tiempo, se debe especificar una tolerancia para su valor en casos críticos.

5 Títulos y orden de los capítulos

Se muestran a continuación el orden y los títulos preferidos de los capítulos (y otros elementos) en los métodos de análisis químico.

Cualquier capítulo o apartado que no sea necesario en un momento determinado, se puede omitir, y otros, si se necesitan, pueden añadirse en los lugares más apropiados. Los capítulos y apartados deben enumerarse consecutivamente desde el comienzo hasta el final del documento, utilizando números arábigos. Se debe realizar una clara distinción entre las partes normativas e informativas de la norma, tales como: los anexos.

Para una información más detallada, ver los capítulos correspondientes en el Anexo A.

Para comentarios ver:

Prefacio	A.1
Introducción	A.2
Título	A.3
Avisos	A.4
Objeto	A.5
Referencias Normativas	A.6
Definiciones	A.7
Principio	A.8
Reacciones	A.9
Reactivos y materiales	A.10
Aparatos	A.11
Muestreo	A.12
Procedimientos	A.13
Cálculos	A.14
Precisión	A.15
Control y aseguramiento de la calidad	A.16
Casos especiales	A.17
Informes sobre ensayos	A.18
Anexos	A.19
Bibliografía	A.20

Anexo A
(normativo)

**NOTAS SOBRE LA APLICACIÓN DE LAS DISPOSICIONES PARA UN MÉTODO NORMAL
DE ANÁLISIS QUÍMICO**

A.1 Prefacio

Se deben mostrar los títulos de todas las partes, en caso de una norma con partes múltiples, y los principales cambios comparados con ediciones anteriores, además del texto de la norma.

A.2 Introducción

La introducción es un elemento opcional utilizado, si es necesario, para presentar una información adicional, por ejemplo: comentarios acerca de contenidos técnicos de la norma o razones para su preparación.

Si se necesitan antecedentes sobre el método, se debería incluir preferentemente en este capítulo.

A.3 Título

El título de la norma debe expresar, de forma concisa y sin ambigüedad, los productos a los cuales se aplica el método de ensayo, el componente o la característica a determinar y la naturaleza de la determinación. Debería limitarse, cada vez que sea posible, a un máximo de tres elementos.

EJEMPLO 1: Aceites ligeros para uso industrial – Determinación de trazas de cloro – Método de combustión Wickbold.

EJEMPLO 2: Productos químicos líquidos para uso industrial – Determinación de la densidad a temperatura de 20°C.

A.4 Advertencias

Si el producto analizado, o los reactivos o el procedimiento resultan peligrosos, ya sea para la salud como para el medio ambiente, es vital que se preste atención a los riesgos y a la descripción de las precauciones necesarias para evitarlos. Esta información debe aparecer impresa en negritas:

- inmediatamente después del título de la norma si el riesgo resulta ser de naturaleza general, o se debe al producto que se analiza;
- después del nombre del reactivo o material si el riesgo se debe a un reactivo o material en específico;
- al comienzo del capítulo “Procedimiento” si el riesgo es inherente al procedimiento, (ver además A.13.1).

EJEMPLO:

ADVERTENCIA – Las personas que utilicen esta norma deben estar familiarizadas con las prácticas normales de laboratorios. Esta norma no tiene como propósito la atención a todos los problemas de seguridad, en caso de que existiese alguno, asociado con su uso. Es total responsabilidad del usuario el establecimiento de una apropiada seguridad y prácticas de salud y garantizar la conformidad con las condiciones de cualquier reglamento nacional.

A.5 Objeto

Este capítulo de la norma debe plantear de forma breve el método para el análisis químico y específicamente a los productos a los cuales se les aplica. De ser aplicable, debe señalar el límite de detección y/o el límite de por encima del cual el método ya no debe considerarse cuantitativo.

Debe contener cualquier información adicional y útil que no se pueda incluir en el título.

Debe contener, además, información suficiente para facilitar al usuario un juicio rápido en cuanto a la aplicación de la norma a los productos en consideración o la existencia de limitaciones. Estas limitaciones deben tomar en cuenta la presencia de otros componentes del producto o productos en cuestión y su contenido limitante.

La información referente a posibles interferencias aplicables al método, dónde quiera que estos datos estén disponibles, deben incluirse en este capítulo. Si resulta necesario brindar modificaciones al método básico, por ejemplo: para garantizar la eliminación de ciertos factores interferentes, estas modificaciones deben tratarse preferentemente como casos especiales. Estos casos especiales pueden aparecer en el capítulo "Objeto" y las modificaciones en el capítulo "Casos Especiales" (ver A.17).

Se hace necesario, a veces, aportar varios métodos para la determinación de una cierta entidad, por ejemplo, de la composición del producto, los diferentes contenidos para dicha entidad, o la exactitud requerida, cada método con su alcance específico. Una distinción clara debe servir para dividir entre los alcances individuales de los métodos plasmados en la norma, en caso de que existan varios.

El capítulo "Objeto" debe escribirse, preferentemente, de forma tal que se pueda utilizar como resumen para fines bibliográficos o para propósitos informativos.

A.6 Referencias normativas

Este capítulo debe brindar una lista de aquellos documentos necesarios para la aplicación de la norma.

Los documentos que han servido como referencias en la preparación de la norma deben señalarse en una bibliografía al final del documento.

A.7 Definiciones

Este capítulo debe brindar definiciones de términos utilizados en el texto para la completa comprensión de los mismos. Se recomienda hacer referencia a definiciones ya existentes y/o a normas de terminología donde sea posible.

A.8 Principios

Este capítulo opcional indica los pasos fundamentales para el método utilizado, los principios básicos y las propiedades de las cuales se hace uso, y si es apropiado, las razones que justifican la selección de ciertos procedimientos.

A.9 Reacciones

Este capítulo debe indicar las reacciones esenciales, si es que se consideran imprescindibles para la comprensión del texto o los cálculos. Estas reacciones, si concurre, deben expresarse en forma iónica.

Las reacciones servirán como guías solamente y no para definir ningún tipo de asunto contradictorio. Justifican los cálculos realizados partiendo de los datos obtenidos a partir de las determinaciones y, además, puede conducir a un mejor entendimiento del método, especialmente si ocurren varios cambios sucesivos en el estado de oxidación del elemento que se determina.

Cuando existen valoraciones, estas resultan útiles particularmente en el momento de indicar el número de equivalentes en cada mol del reactivo activo.

A.10 Reactivos y materiales

A.10.1 Generalidades

El título de este capítulo debería ser “Reactivos” o “Materiales” o “Reactivos y materiales”, como sea más apropiado. Este capítulo debe comenzar, si resulta aplicable, con la siguiente oración (o una versión modificada de la misma, según el caso):

“Durante el análisis, a menos que se plantee lo contrario, utilice solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua destilada o desmineralizada, o agua de pureza equivalente.”

Cuando resulte necesario especificar el grado de agua en conformidad con la NC-ISO 3696, utilizar la siguiente redacción:

“Utilizar solamente reactivos de grado analítico reconocido, a menos que se especifique lo contrario”.

5.1 Agua, en conformidad al grado x, según se define en la NC-ISO 3696.

Se debe mostrar una lista de todos los reactivos y materiales utilizados durante el ensayo, junto a las características esenciales (concentración, densidad, etc.); y debe especificarse, de ser necesario, el grado de pureza. De existir, deberían aparecer preferentemente los Números CAS (Servicio de Registros de Química Abstracta). La lista no incluirá productos utilizados solo en la preparación de un reactivo, a menos que los mismos sean utilizados con frecuencia.

Los reactivos y materiales deben ser identificados por medio de un número de referencia (secuencial). Al dar este número, entre paréntesis, en el capítulo “Procedimientos”, posterior al nombre del reactivo o material, la repetición de las características de los mismos se puede evitar y, por consiguiente, el texto se podrá mantener con una extensión mínima. Sin embargo, no es necesario repetir el número de referencia cada vez si no se concurre en una ambigüedad.

De ser necesario, las precauciones a tomar para almacenar los reactivos, y el tiempo de almacenamiento, deben ser especificados.

Si una solución volumétrica normal u otra solución normal se requiere, su preparación, y de ser necesario, su normalización debe aparecer descrita en este capítulo. En otros casos, estos detalles no son imprescindibles, pero si los métodos generales para la preparación y comprobación de ciertos reactivos utilizados son objeto de una norma, entonces se debe brindar una referencia a la misma.

Si es necesario verificar la ausencia de un componente interferente en los reactivos, los detalles de los ensayos a utilizar para este propósito se deben brindar.

Sería conveniente redactar el capítulo en el siguiente orden:

- productos (excluyendo las soluciones) utilizados en su forma comercialmente disponible.
- soluciones o suspensiones (excluyendo las soluciones volumétricas normales y las soluciones normales), con sus aproximados de concentración expuestos.
- soluciones volumétricas y soluciones normales.
- indicadores.
- materiales auxiliares (agentes secantes, etc.).

A.10.2 Productos utilizados en su forma comercialmente disponible

En la lista de reactivos y materiales, los productos utilizados en su forma comercialmente disponible deben describirse sin ambigüedad, mostrando detalles necesarios para su identificación (por ejemplo: el nombre y la fórmula química, la concentración, los números CAS) y, para los sólidos en particular, la presencia de cualquier tipo de agua de cristalización.

A.10.3 Soluciones acuosas

En la lista de reactivos y materiales, las soluciones para la cual el solvente no se especifica son acuosas por acuerdo. En consecuencia, el uso del término “acuoso” en esta lista es superfluo.

A.10.4 Soluciones de concentración definida

A.10.4.1 Generalidades

Los términos usados seguidamente aparecen definidos en el capítulo 3 de esta norma.

A.10.4.1.1 Solución volumétrica normal

Las concentraciones de dichas soluciones deben expresarse como las concentraciones de la cantidad de sustancia en unidades mol por litro (mol/L) o moles por metro cúbico (mol/m³).

El valor numérico de la concentración debe representarse, ya sea por un número entero (por ejemplo, 1 mol/L, 2 mol/ m³) o por un número decimal (por ejemplo, 0,1 mol/L, 0,06 mol/ m³). El símbolo utilizado es c [por ejemplo: c (CuSO₄) = 0,1 mol/L].

A.10.4.1.2 Solución de referencia normal

Las concentraciones de dichas soluciones deben expresarse de la misma forma que las soluciones volumétricas normales (ver **A.10.4.1.1**)

A.10.4.1.3 Solución normal

Las concentraciones de tales soluciones deben expresarse en gramos por litros o un submúltiplo.

A.10.4.1.4 Solución normal equivalente

Las concentraciones de tales soluciones deben expresarse de la forma indicada en los apartados: **A.10.4.1.1**, **A.10.4.1.2** o **A.10.4.1.3**.

A.10.4.2 Otras soluciones

A.10.4.2.1 Si la concentración de una solución se brinda en fracciones de masa o volumen, se debe expresar en miligramos por kilogramos (mg/kg), gramos por gramos (g/g), mililitros por litros (ml/L) o un submúltiplo.

A.10.4.2.2 Si la concentración se brinda como concentración de masa, debe expresarse en gramos por litros (g/L) o un submúltiplo.

A.10.4.2.3 Si la solución se prepara por medio de la disolución de otra solución especificada, se deben tener en cuenta las siguientes reglas:

– La instrucción “disolver $V_1 - V_2$ ” significa que el volumen V_1 de la solución especificada debe diluirse hasta alcanzar el volumen total V_2 de la mezcla final;

– La expresión “ $V_1 + V_2$ ” significa que el volumen de la solución en cuestión se añade o se ha añadido al volumen V_2 del diluyente.

Expresiones tales como: “ $V_1:V_2$ ” o “ V_1/V_2 ” que poseen diversos significados en varios países, no deben utilizarse.

De la misma forma, las denominaciones tradicionales o convencionales de soluciones que no sean las brindadas en esta norma no se deben utilizar (por ejemplo. “peróxido de hidrógeno, 12 volúmenes).

A.11 Aparatos

Este capítulo debe mostrar una lista de los nombres y las características significativas de todos los aparatos y equipos, que no sean los ordinarios del laboratorio, que se utilizarán en el análisis o ensayo.

Los aparatos deben identificarse por medio de números de referencia (consecutivos). Al insertar este número, entre paréntesis, en el capítulo “Procedimientos”, posterior al nombre del artículo, se puede evitar la repetición de las características del aparato en cuestión, y por lo tanto se puede mantener un texto reducido. Sin embargo, no es necesario repetir el número de referencia cada vez, si no se concurre en una ambigüedad.

De ser apropiado, se hará referencia a las normas concernientes a los utensilios de cristal y aparatos relacionados, o a otras Normas Internacionales o documentos mundialmente reconocidos.

EJEMPLO: “**4.1 Pipeta de una marca**, capacidad: 50 mL, ISO 648 clase A.”

Se aconseja ilustrar tipos especiales de aparatos e indicar la forma en la cual se ensamblan por medio de diagramas.

Cualquier comprobación del funcionamiento del aparato ya ensamblado se debe describir en el capítulo “Procedimientos”, en un apartado intitulado “Ensayo preliminar” o “Ensayo de Comprobación” (ver A.13.4).

Los requisitos especiales para cualquier aparato que sea vital para el método se deben expresar en el capítulo “Aparatos”, principalmente si desempeñan un papel significativo en el procedimiento o si constituyen un factor en la seguridad, precisión y/o veracidad del método.

A.12 Muestreo

A.12.1 Generalidades

Los términos definidos seguidamente aparecen en el capítulo 3 de esta norma.

A.12.1.1 Muestra de laboratorio

A.12.1.2 Muestra de ensayo

A.12.1.3 Porción de ensayo

A.12.2 Procedimiento de muestreo

En principio, la selección para la preparación de la muestra de laboratorio es independiente al análisis químico como tal, y es por lo general suficiente hacer una referencia informativa a la norma que trata específicamente con este asunto, o al apartado correspondiente de la norma del producto. De no existir ninguna norma procedente, el capítulo de muestreo puede incluir un plan y un procedimiento de muestreo, sirviendo de guía para evitar alteraciones en el producto, tomando en cuenta las Normas Internacionales referentes a la aplicación de los métodos estadísticos.

Si es necesario, este capítulo debe brindar, además, cualquier información útil acerca de la preparación de la muestra, la masa o el volumen de la muestra de laboratorio, las características y material de los recipientes para su almacenaje (por ejemplo. tipo, capacidad, hermeticidad), y las condiciones de almacenamiento a tomar en cuenta.

A.12.3 Preparación para la muestra de ensayo

El muestreo debe aportar información necesaria para la preparación de la muestra de ensayo, de la cual se obtendrán las porciones para el ensayo. Esta muestra se prepara de la muestra del laboratorio elaborada según lo especificado en el apartado A.12.2.

En cada caso, todos los pasos para la preparación se deben plantear (por ejemplo. la trituración, el secado), junto a una información apropiada sobre las características requeridas de la muestra preparada (por ejemplo la distribución de las partículas, la masa o volumen aproximados), y de ser necesario, se debe ofrecer detalles de los recipientes utilizados para el almacenamiento (por ejemplo tipo, capacidad, hermeticidad, material) y las condiciones de almacenamiento como tal.

A.13 Procedimiento

A.13.1 Generalidades

Este capítulo puede dividirse en tantos apartados como operaciones o secuencias de operaciones existan.

Cada secuencia de operaciones se debe describir de forma clara y concisa, utilizando el modo imperativo.

Si el número de pasos del procedimiento es extenso, se recomienda que el apartado que aborde cada paso se subdivida, utilizando el sistema enumeración por puntos, con cada elemento correspondiendo a una operación determinada e incluyendo todas las operaciones preliminares indispensables.

Si el método a describir ya se abordó en otra norma, se debe plantear la frase: “utilice el método especificado en la ISO 12345 o “utilizar uno de los métodos especificados en la ISO 12345” indicando cualquier modificación si es necesario.

De existir riesgos durante el procedimiento (por ejemplo explosiones, fuego, intoxicación), para los cuales se necesitan medidas preventivas, se debe incluir una alerta en negritas al comienzo del capítulo.

Si es necesario, se pueden brindar recomendaciones más detalladas acerca de los procedimientos de seguridad y las medidas de primeros auxilios en un anexo.

El capítulo del "Procedimiento" normalmente incluirá el siguientes apartados¹⁾.

A.13.2 Porción de ensayo

Este apartado debe aportar toda la información necesaria para la elaboración de la porción de ensayo tomada de la muestra de ensayo (o de la muestra de laboratorio, en caso de que las dos sean iguales), preparada según lo establecido en A.10.3. De ser apropiado, se debe plantear el método de pesaje o medición de esta porción de ensayo (por ejemplo mediante el uso de una pipeta de pesaje). Se debe plantear el volumen o masa de la misma, la exactitud con la cual se debe medir, y de ser necesario, cualquier otra característica pertinente.

Se debe indicar, además, si se requieren más de una porción de ensayo (este será el caso en el cual el resultado se toma como instrumento para dos o más determinaciones).

A.13.2.1 Porción de ensayo determinada por la masa

Si la porción de ensayo se define por una masa determinada, su descripción dentro de un método de ensayo se categoriza de la forma siguiente:

A.13.2.1.1 Cantidad definitiva

Se debe ilustrar, como en los siguientes ejemplos, cuando se requiera tomar una cantidad definitiva de la porción de ensayo, pesada con la exactitud especificada:

EJEMPLO 1: “ $m = 5 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ ”

EJEMPLO 2: “ $m = (5 \pm 0,001) \text{ g}$ ”

EJEMPLO 3: “Pesar 5 g de la muestra de ensayo hasta el miligramo más próximo”.

A.13.2.1.2 Cantidad aproximada

Se debe ilustrar, como en el siguiente ejemplo, cuando se requiera tomar una cantidad aproximada de la porción de ensayo, pesada con la exactitud especificada:

¹⁾ En ciertos casos, otros apartados podrían ser incluidos especificando, por ejemplo, los ensayos adicionales como la determinación de humedad, uso de materiales de la referencia, etc.,
EJEMPLO 1: “Pesar aproximadamente 2 g de la muestra de ensayo hasta el miligramo más próximo”.

La expresión: “Pesar aproximadamente 1,2 g de la muestra de ensayo” significa que la masa a tomar debe encontrarse dentro del 10 % de lo establecido para la masa de la porción de ensayo. Si se requiere una tolerancia menor, se debe expresar según lo ilustrado en el siguiente ejemplo:

EJEMPLO 2: "Pesar de 1,9 g a 2,1 g de la muestra de ensayo hasta el miligramo más próximo".

A.13.2.2 Porción de ensayo definida por el volumen

Si la porción de ensayo se define por un volumen determinado, siempre existen formas (A.13.2.2.1 y A.13.2.2.2) de indicar la exactitud con la cual se han medido dichas porciones de ensayo.

A.13.2.2.1

Si se necesita la utilización del aparato, aun conociendo la exactitud, se recomienda la descripción del procedimiento en el texto.

EJEMPLO: "Utilizando una pipeta (4.2), medir 10 mL de la solución de ensayo".

A.13.2.2.2

Si no se especifica ningún aparato, se indicará la exactitud de la medición en el texto del procedimiento.

EJEMPLO: "Tomar 10 mL \pm 0,05 mL de la solución de ensayo".

A.13.2.3 Porción de ensayo resultante de otra determinación

Finalmente, si la porción de ensayo es el producto de otra determinación (por ejemplo un filtrado, un precipitado, o un residuo), se debe indicar su origen por medio de una letra mayúscula.

EJEMPLO: "Solución A / filtrado C de la determinación del sulfato de calcio".

A.13.3 Ensayo tipo

Este apartado debe indicar todas las condiciones para ejecutar el ensayo testigo, de ser este necesario para verificar la pureza de los reactivos y la limpieza del laboratorio y el aparato.

El ensayo tipo se llevará a cabo en paralelo con la determinación, siguiendo el mismo procedimiento, utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos, igual que en la determinación (excepto en los casos de métodos titrimétricos, cuando los volúmenes de las soluciones normales serán obviamente diferentes), pero omitiendo la porción de ensayo.

En ciertos casos, la ausencia de la porción de ensayo puede causar que las condiciones del ensayo tipo varíen en relación con aquellas de la determinación y que interfieran en la aplicación del método. En tales casos, este apartado debe plantear las modificaciones en el procedimiento que tendrán que aplicarse para admitir estas diferencias, mientras se mantienen, si es necesario, las mismas cantidades de reactivos, igual a las existentes en la determinación.

A.13.4 Ensayo preliminar o de comprobación

Si fuera necesario realizar una comprobación preliminar del aparato (por ejemplo comprobar las características de rendimiento de un sistema de mediciones gas-cromatográficas) o realizar una verificación de la validez de la aplicación del método, mediante el uso de un material de referencia certificado, muestras sintéticas o productos naturales de conocida pureza, este apartado debe brindar todos los detalles necesarios para ejecutar la comprobación.

A.13.5 Ensayo de comparación

Se debe especificar un ensayo apropiado en este apartado, con todos los detalles necesarios, si resulta necesario, admitir o eliminar la interferencia debido a ciertos fenómenos (por ejemplo el color de “fondo”).

A.13.6 Determinación(es) o ensayo(s)

De ser apropiado, se debe incluir en el comienzo de la determinación un planteamiento como el siguiente: “Ejecutar la determinación en duplicados”.

Cada secuencia de operaciones se debe describir con exactitud, utilizando el modo imperativo, y se debe redactar el ensayo de forma legible en apartados y párrafos adecuados, con el fin de facilitar la descripción, la comprensión y la aplicación del procedimiento.

De ser necesario, en el curso de estas operaciones, retener el producto resultante de uno de los pasos del procedimiento (por ejemplo un filtrado, un precipitado o un residuo) para su utilización como porción de ensayo en una determinación posterior, entonces esto se debe plantear con claridad y se deben tomar medidas para otorgarle un símbolo o letra de referencia, con el cual se identifique más adelante cuando se requiera en el transcurso del análisis.

EJEMPLO: “Mantener el filtrado D para la determinación del contenido de sodio”.

A.13.7 Calibración

Si el método requiere de la calibración de cualquier aparato, esta operación debe ser objeto de un apartado separado y situado en el punto más conveniente del capítulo “Procedimiento”. Este apartado debe brindar todos los detalles necesarios de las operaciones a ejecutar.

De ser necesario, debe incluir la frecuencia de calibración en el caso del análisis por lotes). Si las operaciones relacionadas con la calibración son idénticas a las de la determinación, o al menos a una parte de ella, entonces una de los dos apartados debe hacer referencia al otro.

EJEMPLO: Proceder según lo descrito desde 9.4.3 hasta 9.4.9, incluido en el apartado “Determinación”.

A.14 Cálculos

Este artículo debe indicar el método para calcular el resultado. Se debe plantear lo siguiente:

- Las unidades en las cuales se expresa el resultado;
- La ecuación utilizada para el cálculo;
- Los significados de los signos algebraicos utilizados en la ecuación;
- La unidades en las cuales se expresan las cantidades;
- El número de lugares decimales o cifras significativas en las cuales se debe dar el resultado.

Los símbolos de las magnitudes deben estar en conformidad con la ISO 80000.

Si un símbolo dado tiene que utilizarse para diferentes significados de la misma magnitud, entonces se añadirán subíndices (0,1,2...) a la simbología (por ejemplo m_0 , m_1 , m_2).

EJEMPLO: “Considerar un método titrimétrico para la determinación de la alcalinidad de una sustancia, realizado con la utilización de ácido clorhídrico volumétrico normal como valorante. La concentración específica del ácido clorhídrico es de 0,2 mol/L.

El método de cálculo es entonces:

Calcular el valor numérico de la alcalinidad w_a , como KOH, en miligramos por gramos, utilizando la ecuación:

$$w_a = \frac{V \times c \times M}{m}$$

donde:

V : valor numérico del volumen, en mililitros, del ácido clorhídrico utilizado (mostrar el número de referencia expuesto en el capítulo “Reactivos y Materiales”);

c : valor numérico de la concentración exacta, en moles por litros, de la solución de ácido clorhídrico;

m : valor numérico de la masa, en gramos, de la porción de ensayo;

M : valor numérico de la masa molar, en gramos por mol, del hidróxido de potasio ($M = 56,109$).

Expresar el resultado con dos lugares decimales.

A.15 Precisión

Para métodos que se han sometido a ensayos interlaboratorios, se debe indicar la información sobre la precisión (es decir; la repetibilidad, y reproducibilidad). La información sobre la precisión debe calcularse y preferentemente publicarse, de acuerdo con la parte correspondiente de la ISO 5725 o de acuerdo con alguna otra norma disponible (a la cual se debe hacer referencia).

Debe plantearse con claridad si los valores de la precisión están expresados en términos absolutos o relativos.

Ejemplos de formatos recomendados para capítulos de precisión se muestran en el Anexo B.

La información estadística adicional debe aparecer preferentemente en un anexo, según se muestra en el anexo C. Para definiciones referentes a la precisión, ver capítulo 3 y la ISO 5725-1.

A.16 Aseguramiento y control de la calidad

En este capítulo se debe definir el programa de aseguramiento y de control de la calidad. Se debe brindar la información sobre las muestras de control, frecuencia y criterios, así como las acciones a tomar cuando el proceso se encuentre fuera de control. La mejor forma de mantener un método bajo control es mediante la utilización de gráficos de control.

A.17 Casos especiales

Este capítulo debe incluir cualquier modificación hecha en el procedimiento, surgida por la ausencia o presencia de componentes específicos en el producto que se debe analizar. Se debe haber hecho referencia a estas modificaciones en el capítulo "Objeto". Cada caso especial debe tener un título diferente.

El texto del procedimiento modificado debe incluirse en las siguientes subdivisiones:

- El principio del procedimiento modificado, especificando las modificaciones a realizar en el principio del procedimiento general, o planteando el principio del nuevo procedimiento.
- Un nuevo procedimiento de muestreo, si la modificación se requiere en el procedimiento de muestreo general.
- Un nuevo procedimiento de ensayo, o un planteamiento de las modificaciones. Si solo se brindan las modificaciones, es necesario indicar la posición exacta de cada una de ellas en el procedimiento general. Esto se hace de forma más conveniente, indicando el último párrafo del procedimiento no modificado (reproduciendo la última oración o parte de ella si es necesario), luego se presenta la modificación, y finalmente se señala el primer párrafo no modificado que le siga a la modificación (reproduciendo la primera oración o parte de ella si es necesario).
- El cálculo aplicable al procedimiento modificado o adicional.

Para mayor claridad, se debe redactar un capítulo titulado "Caso Especial", incluso si la modificación es menor, en vez de describirla en el capítulo "Procedimiento".

A.18 Informe de ensayo

Este capítulo especifica la información que debe incluirse en el informe sobre el ensayo. Debe contener información sobre los siguientes aspectos como mínimo:

- La muestra;
- La norma utilizada (incluyendo el año de publicación);
- El resultado(s), incluyendo una referencia al capítulo "Cálculo";
- Cualquier desviación del procedimiento;
- Cualquier característica inusual observada;
- La fecha del ensayo.

EJEMPLO:

- "a) toda la información necesaria para la identificación de la muestra ensayada;
- b) una referencia a esta norma (ISO 12345:1998)
- c) el método utilizado (A, B, o C);
- d) los resultados del ensayo, incluyendo los resultados de las determinaciones individuales y su término medio, calculados como se especifica en el capítulo 8;

- e) cualquier desviación del procedimiento especificado;
- f) cualquier característica inusual (anomalía) observada durante el ensayo;
- g) la fecha del ensayo”.

A.19 Anexos

Los anexos pueden utilizarse cuando se desee aliviar el cuerpo del documento de información detallada, la cual se puede mostrar de forma más conveniente en ese formato. Se debe plantear con claridad si el anexo es de tipo normativo o informativo.

Por ejemplo: A veces resulta necesario contar con una representación esquemática de las diferentes etapas del procedimiento, en particular con procedimientos extensos que incluyan una gran cantidad de operaciones numéricas. Se recomienda ubicar tal representación esquemática en un anexo informativo. Se debe redactar de forma tal que se pueda separar con claridad los diferentes pasos, y agrupar en una línea vertical las secuencias de las operaciones ejecutadas en cada etapa (ej. precipitación, filtración, tratamiento de residuo). Se debe señalar de forma explícita si una secuencia dada de operaciones finaliza en una etapa en particular (ej. “desechar el filtrado”).

A.20 Bibliografía

Si las referencias informativas se consideran necesarias, se deben mostrar en la parte del texto donde se les hace referencia, o si son varias, en una bibliografía al final del documento.

NOTA: La ISO 690 sugiere los elementos que deben incluirse en tales referencias.

Anexo B (informativo)

EJEMPLOS DE FORMATO PARA CAPÍTULOS DE PRECISIÓN

B.1 Planteamientos de repetibilidad

EJEMPLO 1: (Cuando se espera que la precisión se brinde en términos absolutos)

La diferencia absoluta entre dos resultados independientes de un ensayo simple, obtenido con la utilización del mismo método para idéntico material de ensayo, en el mismo laboratorio, por el mismo analista, usando el mismo equipo dentro de un intervalo de tiempo corto, no será mayor a ... en más del 5% de los casos.

EJEMPLO 2: (Cuando se espera que la precisión se brinde en términos relativos)

La diferencia absoluta entre dos resultados independientes de un ensayo simple, obtenido con la utilización del mismo método para idéntico material de ensayo, en el mismo laboratorio, por el mismo analista, usando el mismo equipo dentro de un intervalo de tiempo corto, no será mayor a ... del término medio aritmético de dos resultados en más del 5% de los casos.

EJEMPLO 3a y 3b: (cuando la precisión se debe relacionar con la concentración analítica)

EJEMPLO 3a:

La diferencia absoluta entre dos resultados independientes de un ensayo simple, obtenido con la utilización del mismo método para idéntico material de ensayo, en el mismo laboratorio, por el mismo analista, usando el mismo equipo dentro de un intervalo de tiempo corto, no excederá un límite de repetibilidad r , calculado mediante la siguiente ecuación en más del 5% de los casos.

Contenido de cobre en aceite: $r = 0,010 + 0,1399 m$

donde:

m es el término medio de los dos resultados, expresado en miligramos por kilogramos.

EJEMPLO 3b:

Cuando los valores de dos resultados independientes de un ensayo simple, obtenido con la utilización del mismo método para idéntico material de ensayo, en el mismo laboratorio, por el mismo analista, usando el mismo equipo dentro de un intervalo de tiempo corto, clasifica dentro del rango de los valores medios citados a continuación, la diferencia absoluta entre los dos resultados de los ensayos obtenidos no excederá un límite de repetibilidad r deducido por una interpolación lineal, procedente de los siguientes datos, en más del 5% de los casos:

Contenido de cobre (mg/kg):	0,5	5,8	35,8
r (mg/kg):	0,06	0,8	3,6

NOTA: Estos planteamientos pueden reducirse de la forma siguiente (tomando el EJEMPLO 1 como guía):

La diferencia absoluta entre dos resultados independientes de un ensayo simple obtenido bajo condiciones de repetibilidad no excederá... en más del 5% de los casos.

B.2 Planteamientos de reproducibilidad

EJEMPLO 1: (Cuando se espera que la precisión se brinde en términos absolutos)

La diferencia absoluta entre dos resultados de un ensayo simple, obtenido con la utilización del mismo método para idéntico material de ensayo, en diferentes laboratorios, por diferentes analistas, usando diferentes equipos, no será mayor a ... en más del 5% de los casos.

EJEMPLO 2: (Cuando se espera que la precisión se brinde en términos relativos)

La diferencia absoluta entre dos resultados de un ensayo simple, obtenido con la utilización del mismo método para idéntico material de ensayo, en diferentes laboratorios, por diferentes analistas, usando diferentes equipos, no será mayor a ... % del término medio aritmético de dos resultados en más del 5% de los casos.

EJEMPLO 3: (cuando la precisión se debe relacionar con la concentración analítica)

Cuando los valores de dos resultados de un ensayo simple, obtenido con la utilización del mismo método para idéntico material de ensayo, en diferentes laboratorios, por diferentes analistas, usando diferentes equipos, clasifica dentro del rango de los valores medios citados a continuación, la diferencia absoluta entre los dos resultados de los ensayos obtenidos no excederá un límite de reproducibilidad R deducido por una interpolación lineal, procedente de los siguientes datos, en más del 5% de los casos:

Contenido de cobre (mg/kg):	0,5	5,8	35,8
R (mg/kg):	0,2	2,6	11,6

NOTA: Estos planteamientos pueden reducirse de la forma siguiente (tomando el EJEMPLO 1 como guía):

La diferencia absoluta entre dos resultados de un ensayo simple obtenido bajo condiciones de reproducibilidad no excederá... en más del 5% de los casos.

Anexo C (informativo)

DATOS ESTADÍSTICOS Y DE OTRO TIPO DERIVADOS DE LOS RESULTADOS DE ENSAYOS INTERLABORATORIOS

Datos estadísticos y de otro tipo derivados de los resultados de ensayos interlaboratorios se pueden brindar en un anexo informativo, en forma de tabla de datos derivados del análisis estadístico de los resultados, obtenidos de estudios de colaboración del método (a continuación se muestra un ejemplo).

Mientras no se considere necesario la inclusión de todos los datos en la tabla, se recomienda incluir al menos los siguientes datos:

a) El número de laboratorios cuyos resultados se aceptan (es decir, excluyendo aquellos que se descartaron como resultados aislados);

- b) El valor medio de la concentración analítica en cada una de las muestras analizadas;
- c) La desviación normal de ambas: la repetibilidad y la reproducibilidad;
- d) Una referencia al documento que recoja los resultados publicados de los ensayos de laboratorios;

Se debe declarar el sesgo del método de medición, así como la declaración referida al punto de referencia con respecto al cual se determinó dicho sesgo. Donde el sesgo varíe con la concentración analítica, los datos deben recogerse en forma de tabla, mostrando los resultados medios, el sesgo (según se haya determinado), y la referencia utilizada en dicha determinación (ver ISO 5725-1).

EJEMPLO DE TABLA QUE RECOPILA RESULTADOS ESTADISTICOS

Identificación de muestra	A	B	C
Cantidad de laboratorios que participan	32	32	32
Cantidad de resultados de ensayos aceptados	25	28	27
Valor medios (g/100g de muestra)	0,143	0,748	0,766
Valor real o aceptado (g/100g)	–	–	–
Desviación normal de repetibilidad (s_r)	0,010 7	0,046 5	0,049 3
Coefficiente de variación de repetibilidad	7,5 %	6,2 %	6,4 %
Límite de repetibilidad (r) ($2,8 \times s_r$)	0,030	0,132	0,139
Desviación normal de reproducibilidad (s_R)	0,021 4	0,147 1	0,129 9
Coefficiente de variación de reproducibilidad	15,0 %	19,7 %	16,9 %
Límite de reproducibilidad (R) ($2,8 \times s_R$)	0,061	0,416	0,367

Bibliografía

[1] ISO 690, Documentación – Referencias bibliográficas – Contenido, forma y estructura.

[2] ISO 6206, Productos químicos para uso industrial – Muestreo – Vocabulario.