



Universidad  
de La Laguna

**Grado en Ingeniería Química Industrial**

## **TRABAJO FIN DE GRADO**

**“Implantación de un sistema de gestión de la calidad basado en la Norma UNE-EN ISO 9001:2015 en el Servicio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies del Servicio General de Apoyo a la Investigación de la Universidad de La Laguna”**

**JUDITH RODRÍGUEZ DÍAZ**

**Curso Académico 2016-2017**







# AGRADECIMIENTOS

---

Quisiera expresar mi agradecimiento a todas aquellas personas que de alguna manera han contribuido a la realización de este TFG:

En primer lugar, a mis tutores a los que estaré eternamente agradecida por el tiempo invertido. Al Dr. D. Enrique González Cabrera por su *total* dedicación y apoyo en todo el desarrollo de este proyecto siempre acompañándolo con una sonrisa. A Dña. Alicia Torres Gil por guiarme en el *mundo del Sistema de Gestión de la Calidad* con sus consejos, ayuda con el inglés y su disponibilidad. Al Dr. D. Luís Antonio González Mendoza por su colaboración siempre que la he necesitado.

Al personal del SEGAI, en especial al Departamento de Calidad por acogerme durante estos meses. Gracias a D. Antonio Santos Delgado por su curso, posterior encuesta de calidad y por el “préstamo de cartapacios” para el cambio de imagen del LCPM.

A todos los profesores que he tenido el placer de conocer a lo largo de estos años y me han aportado sus conocimientos y experiencias para formarme como profesional.

Y finalmente, no puedo dejar de expresar mi agradecimiento y dedicarles este proyecto a mis personas favoritas. A mi familia, en especial a mi madre, pilar incondicional e indispensable.

A mi Estrella en el cielo.

A mis amigos, por las ausencias.

A Andrés, por recargar día a día las pilas de mi cabeza, y de mi corazón.

¡A todos, sin excepción, GRACIAS!



# ÍNDICE

---

<b>I. Resumen/ Abstract</b> .....	9
<b>II. Objetivos</b> .....	13
<b>III. Desarrollo</b> .....	17
<b>Capítulo 1: Sistemas de gestión de la calidad según la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001</b> .....	17
1.1 Evolución histórica de la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001 .....	19
1.2 Principios y generalidades de la gestión de la calidad.....	26
1.3 Enfoque a procesos .....	27
1.3.1 Ciclo Planificar-Hacer-Verificar-Actuar .....	28
1.3.2 Pensamiento basado en riesgos.....	29
1.4 La estructura de alto nivel.....	31
<b>Capítulo 2: El Servicio de Apoyo a la Investigación de La Universidad de La Laguna (SEGAI)</b> .....	33
2.1 Estructura .....	35
2.2 Prestación de servicios.....	42
2.3 Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies .....	43
<b>Capítulo 3: Sistema de gestión de la calidad del SEGAI</b> .....	47
3.1 Sistema de gestión de la calidad del SEGAI.....	49
3.2 Información documentada del sistema de gestión de la calidad del SEGAI ..	50
3.2.1 Manual de Calidad del SEGAI .....	51
3.2.2 Procedimientos del SEGAI.....	52
3.2.3 Instrucciones técnicas .....	54
3.2.4 Registros asociados.....	54
3.3 Estructura de los documentos del SGC.....	55
3.4 Codificación y revisiones.....	57
3.5 Necesidades de documentación para incluir el Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies en el alcance del SGC del SEGAI.....	58
<b>Capítulo 4: Documentación elaborada</b> .....	61
<b>IV. Conclusiones</b> .....	313
<b>V. Glosario</b> .....	317
<b>VI. Bibliografía</b> .....	321





**I. RESUMEN**  
**I. ABSTRACT**

---



El Servicio General de Apoyo a la Investigación (SEGAI) de la Universidad de La Laguna es una entidad innovadora, destinada a dar soporte científico, instrumental y técnico a grupos de investigación propios de la ULL, así como a investigadores externos y a empresas privadas. La prestación del servicio queda garantizada por la existencia de un sistema de gestión de calidad basado en la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001. En la actualidad, el Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies no está incluido dentro del alcance de certificación del sistema de gestión de calidad del SEGAI. El objetivo de este proyecto es identificar y elaborar la documentación necesaria para incluir las actividades que se desarrollan en el Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies dentro del alcance de la certificación del sistema de gestión de calidad del SEGAI.

The Research Support General Service (SEGAI) of the University of La Laguna is an innovative entity designed to provide scientific, instrumental and technical support to research groups of the ULL, as well as to external researchers and private companies. The service is guaranteed by the existence of a quality management system based on the International Standard UNE-EN ISO 9001. At present, Particles and Microsurfaces Characterization Laboratory is not included in the scope of certification of the quality management system of the SEGAI. The objective of this project is to identify and prepared the documents required to include the activities performed by Particles and Microsurfaces Characterization Laboratory in the scope of the certification of the quality management system of SEGAI.



## **II. OBJETIVOS**

---



Los objetivos de este proyecto son:

- Identificar la documentación necesaria para incluir las actividades que se realizan en el Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies dentro del alcance de la certificación del sistema de gestión de calidad del Servicio General de Apoyo a la Investigación (SEGAI) conforme con la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001:2015.
- Elaborar dicha documentación.





## **CAPÍTULO 1**

---

### **Sistemas de gestión de la calidad según la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001**



## 1.1 Evolución histórica de la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001

La Norma UNE-EN ISO 9001 elaborada por la Organización Internacional para la Estandarización (ISO, *International Organization for Standardization*), es el estándar de referencia para un Sistema de Gestión de la Calidad (SGC). Esta norma ayuda a las organizaciones a ser más eficientes y mejorar la satisfacción del cliente, permitiéndoles competir en igualdad de posibilidades en el mercado actual.

La Norma ISO UNE-EN ISO 9001 es la más conocida, por ser la norma que describe los requisitos del SGC, sin embargo, forma parte de un grupo de normas (familia ISO 9000) que en la actualidad está constituida por cuatro normas principales:

- **ISO 9000:2015 Sistemas de gestión de la calidad. Fundamentos y vocabulario [1]:** esta norma describe los conceptos y principios fundamentales, incluyendo términos y conceptos, que se aplican a todas las normas de la gestión de la calidad.
- **ISO 9001:2015 Sistemas de gestión de la calidad. Requisitos [2]:** esta norma describe los requisitos que debe satisfacer una organización que implemente dicha norma y es la única entre las cuatro, que tiene la finalidad de ser empleada para la certificación por una tercera parte acreditada.
- **ISO 9004:2009 Gestión para el éxito sostenido de una organización. Enfoque de gestión de la calidad [3]:** esta norma proporciona directrices a las organizaciones para ayudarlas a alcanzar un éxito sostenido a partir de la implementación de ISO 9001, basada en el modelo de mejora.
- **ISO/TS 9002:2017 Sistema de gestión de calidad. Directrices para aplicar la ISO 9001:2015 [4]:** esta norma se ha desarrollado para ayudar de manera

específica a los usuarios a aplicar los requisitos del SGC de la Norma ISO 9001:2015 *Sistemas de gestión de la calidad. Requisitos*. Proporciona orientación, con una correspondencia apartado por apartado con los Capítulos 4 a 10 de la Norma Internacional.

La actual versión se caracteriza por ser una norma genérica aplicable a cualquier organización, sin tener en cuenta, su tipo o tamaño, sector al que pertenezca ni las actividades que realice.

Desde su primera publicación en 1987, la Norma ha ido evolucionando según las necesidades cambiantes de las organizaciones y de los mercados. La Norma es revisada por el Comité Técnico – 176 cada cinco años con el objetivo de analizar si precisa de alguna modificación o actualización para mantener su vigencia y relevancia. La última revisión ha sido culminada con la publicación del estándar en 2015.

De las cinco versiones de la Norma (Figura 1), algunas han sufrido revisiones menores y otras mayores, que se describen a continuación:



**Figura 1. Dimensiones de los cambios de Norma Internacional UNE-EN ISO 9001:2015 [5].**

- **ISO 9001:1987 (primera edición)**

En 1987, ISO publicó la “serie” ISO 9000 bajo el concepto de aseguramiento de la calidad, que estaba compuesta por tres normas:

- ISO 9001: Modelo para el aseguramiento de la calidad en el desarrollo, diseño, servicio, producción e instalación.
- ISO 9002: Modelo para el aseguramiento de la calidad en la producción, servicio e instalación.
- ISO 9003: Modelo para el aseguramiento de la calidad en inspecciones y pruebas.

Las tres normas eran básicamente equivalentes, pero se diferenciaban en el alcance y, por tanto, en el tipo de empresa al que iban dirigidas.

- **ISO 9001:1994 (primera revisión menor)**

En el año 1994 se revisaron y actualizaron las tres normas originales y se logró una gran difusión. Con ella, se produjo la internacionalización de las normas y de los sistemas de calidad, inicialmente centrados en los sectores industriales y posteriormente, se extendió hacia el sector de los servicios.

- **ISO 9001:2000 (primera revisión mayor)**

La versión ISO 9001:2000 reemplazó a los tres modelos anteriores y fue orientada a la generalización de la norma para todo tipo de sectores y actividades, ampliando el cumplimiento de requisitos a la satisfacción del cliente. En la Norma ISO 9001:2000 aparecen las principales características, que se consideran intrínsecas a la implementación de un SGC en la actualidad:

- Compatibilidad con otros sistemas de gestión, tales como aquellos particulares para la gestión ambiental, gestión de la seguridad y salud ocupacional, gestión financiera o gestión de riesgos.
- Enfoque basado en procesos. Es decir, identificación de un sistema de procesos dentro de la organización y sus interacciones, así como su gestión para producir el resultado deseado.
- Mejora continua. La organización debe mejorar continuamente la eficacia del sistema de gestión de la calidad mediante el uso de la política de la calidad, los

objetivos de la calidad, los resultados de las auditorias, el análisis de datos, las acciones correctivas y preventivas y la revisión por la dirección.

▪ **ISO 9001:2008 (segunda revisión menor)**

La cuarta edición de ISO 9001 se publicó en el año 2008 [6], introdujo pocos cambios respecto a la versión del 2000, especificando los requisitos para un sistema de gestión de la calidad cuando una organización:

- Necesita demostrar su capacidad para proporcionar regularmente productos que satisfagan los requisitos del cliente y los legales y reglamentarios aplicables.
- Aspira a aumentar la satisfacción del cliente a través de la aplicación eficaz del sistema, incluidos los procesos para la mejora continua del sistema y el aseguramiento de la conformidad con los requisitos del cliente.

▪ **ISO 9001:2015 (segunda revisión mayor)**

En la actual revisión, destacan como grandes ejes de la nueva Norma: el liderazgo imprescindible de la alta dirección, la dirección del contexto como factor estratégico y el pensamiento basado en el riesgo, como un elemento diferenciador de la organización en un entorno cada vez más exigente [7]. Y otra gran novedad, es la adopción de la estructura de alto nivel. Uno de los principales objetivos de ISO en el proyecto de esta última revisión, ha sido potenciar la aplicabilidad de la Norma en todo tipo de organización y facilitar el trabajo de integración para implementar otras normas de sistemas de gestión (calidad, medio ambiente, seguridad laboral, etc.) elaboradas por ISO en las organizaciones.

Tras su publicación el día 23 de septiembre de 2015, las entidades certificadas disponen de un periodo de transición para implementar los cambios en su SGC que finaliza en septiembre de 2018, a partir de este momento los certificados no adaptados quedarán obsoletos.

La nueva estructura de la Norma difiere significativamente de la anterior, no sólo por incluir nuevos requisitos sino también por el cambio de su estructura. A continuación, se incluye una tabla comparativa (Tabla 1) que muestra la correspondencia de los contenidos de ambas versiones.

**Tabla 1. Correspondencia entre las versiones de 2015 y 2008 de la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001 [7].**

ISO 9001:2015		ISO 9001:2008	
Título del capítulo	Nº del capítulo	Nº del capítulo	Título del capítulo
Objeto y campo de aplicación	1	1	Objeto y campo de aplicación
		1.1	General
Contexto de la organización	4	4	Sistema de gestión de la calidad
Comprensión de la organización y de su contexto	4.1		
Comprensión de las necesidades y expectativas de las partes interesadas	4.2		
Determinación del alcance del Sistema de gestión de la calidad	4.3	1.2	Aplicación
Sistema de gestión de la calidad y sus procesos	4.4	4	Sistema de gestión de la calidad
		4.1	Requisitos generales
Liderazgo	5	5	Responsabilidad de la dirección
Liderazgo y compromiso	5.1	5.1	Compromiso de la dirección
		5.2	Enfoque al cliente
Política	5.2	5.3	Política de la calidad
Roles, responsabilidades y autoridades en la organización	5.3	5.5.1	Responsabilidad y autoridad
		5.5.2	Representante de la dirección
Planificación	6	5.4.2	Planificación del sistema de gestión de la calidad
Acciones para abordar riesgos y oportunidades	6.1	5.4.2	Planificación del sistema de gestión de la calidad
		8.5.3	Acción preventiva
Objetivos de la calidad y planificación para lograrlos	6.2	5.4.1	Objetivos de la calidad
Planificación de los cambios	6.3	5.4.2	Planificación del sistema de gestión de la calidad
Apoyo	7	6	Gestión de los recursos
Recursos	7.1		

ISO 9001:2015		ISO 9001:2008	
Título del capítulo	Nº del capítulo	Nº del capítulo	Título del capítulo
Generalidades	7.1.1	6.1	Provisión de recursos
Personal	7.1.2		
Infraestructura	7.1.3	6.3	Infraestructura
Ambiente para el procedimiento de los procesos	7.1.4	6.4	Ambiente de trabajo
Recursos de seguimiento y de medición	7.1.5	7.6	Control de los equipos de seguimiento y de medición
Conocimiento de la organización	7.1.6	-	-
Competencia	7.2	6.2.1	Generalidades
		6.2.2	Competencia, formación y toma de conciencia
Toma de conciencia	7.3	6.2.2	Competencia, formación y toma de conciencia
Comunicación	7.4	5.5.3	Comunicación interna
Información documentada	7.5	4.2	Requisitos de la documentación
Operación	8	7	Realización del producto
Planificación y control operacional	8.1	7.1	Planificación de la realización del producto
Requisitos para productos y servicios	8.2	7.2	Procesos relacionados con el cliente
Diseño y desarrollo de los productos y servicios	8.3	7.3	Diseño y desarrollo
Control de los procesos, productos y servicios proporcionados externamente	8.4	4.1	Requisitos generales
		7.4.1	Proceso de compras
Producción y prestación del servicio	8.5	7.5	Producción y prestación del servicio
Lanzamiento de productos y servicios	8.6	7.4.3	Verificación de los productos comprados
		8.2.4	Seguimiento y medición del producto



ISO 9001:2015		ISO 9001:2008	
Título del capítulo	Nº del capítulo	Nº del capítulo	Título del capítulo
Control del producto no conforme	8.7	8.3	Control del producto no conforme
Evaluación del desempeño	9	8	Medición, análisis y mejora
Seguimiento, medición, análisis y evaluación	9.1		
Auditoría interna	9.2	8.2.2	Auditoría interna
Revisión por la dirección	9.3	5.6	Revisión por la dirección
Mejora	10	8.5	Mejora
Generalidades	10.1	8.5.1	Mejora continua
No conformidades y acción correctiva	10.2	8.3	Control del producto no conforme
		8.5.2	Acción correctiva
Mejora continua	10.3	8.5.1	Mejora continua
		8.5.3	Acción preventiva

Los cambios más relevantes en la terminología entre ambas versiones se muestran en la Tabla 2.

**Tabla 2. Principales diferencias entre los términos de las versiones 2008 y 2015 de la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001 [2].**

ISO 9001:2008	ISO 9001:2015
Productos	Productos y servicios
Exclusión ( <i>aplicable a cualquier cláusula o sub-cláusula del punto 7</i> )	No aplicabilidad ( <i>aplicable a cualquier cláusula o sub-cláusula de la Norma al completo</i> )
Documentación, manual de la calidad, procedimientos documentados, registros, etc.	Información documentada
Representante de la dirección	No se utiliza ( <i>se asignan responsabilidades y autoridades similares pero ningún requisito para un único representante de la dirección</i> )
Proveedor	Proveedor externo
Productos comprados	Productos y servicios suministrados externamente

ISO 9001:2008	ISO 9001:2015
Ambiente de trabajo	Ambiente para la operación de los procesos
Equipos de seguimiento y medición	Recursos de seguimiento y medición

## 1.2 Principios y generalidades de la gestión de la calidad

La Norma Internacional UNE-EN ISO 9001:2015 tiene como pilares fundamentales los siete principios de gestión de la calidad:

- 1. Enfoque al cliente:** el enfoque principal de la gestión de la calidad es cumplir los requisitos del cliente y tratar de exceder sus expectativas. Entender las necesidades actuales y futuras de los clientes y de otras partes interesadas contribuye al éxito sostenido de la organización [7].
- 2. Liderazgo:** los líderes definen el propósito y la dirección de la organización, y crean las condiciones para que la organización, como un todo camine en esa dirección y trabaje para alcanzar los resultados deseados, condición sin la cual difícilmente se obtendrá éxito. Es esencial que las personas de la organización conozcan y comprendan su propósito y dirección, se sientan estimuladas y se impliquen en su consecución.
- 3. Compromiso de las personas:** los resultados obtenidos por las organizaciones son los resultados obtenidos por las personas de todos los niveles y funciones que trabajan en ellas. Para lograrlos es necesario determinar las competencias y conocimiento necesarios, asegurar que las personas los tienen y que saben exactamente lo que hacer para el éxito de la organización. Los resultados obtenidos deben ser comunicados y siempre que sea posible reconocidos. Potenciando su mantenimiento y mejora.
- 4. Enfoque a procesos:** se alcanzan resultados coherentes y previsibles de manera más eficaz y eficiente cuando las actividades se entienden y gestionan como procesos interrelacionados que funcionan como un sistema coherente [7].
- 5. Mejora Continua:** las organizaciones con éxito tienen un enfoque continuo hacia la mejora. Con ella, una organización está preparada para reaccionar a los cambios que puedan producirse tanto internos como externos y crear nuevas oportunidades.

6. **Toma de decisiones basada en la evidencia:** las decisiones basadas en el análisis y la evaluación de datos e información tienen mayor probabilidad de producir los resultados deseados.
7. **Gestión de las relaciones:** para el éxito sostenido, las organizaciones gestionan sus relaciones con las partes interesadas pertinentes, tales como los proveedores, que influyen en el desempeño de una organización.

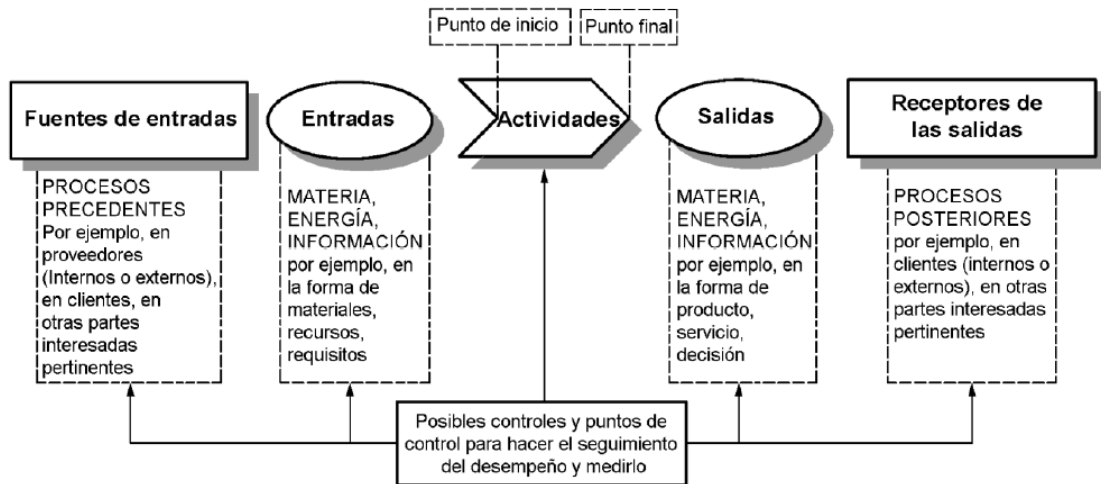
### 1.3 Enfoque a procesos

Se entiende como proceso un conjunto de actividades interrelacionadas que utilizan los elementos de entrada para proporcionar un “resultado previsto” [1], (también puede denominarse salida, producto o servicio en función del contexto de referencia).

El enfoque a procesos es un método sistemático y analítico para definir y gestionar los procesos y sus interacciones con el fin de alcanzar los resultados previstos de acuerdo con la política de la calidad y la dirección estratégica de la organización. Aunque los criterios de clasificación de los procesos pueden variar en cada organización, generalmente se definen, según su relevancia en el SGC, los siguientes tipos de procesos:

- **Procesos de seguimiento, medición y análisis:** aquellos procesos que evalúan el cumplimiento de requisitos. Detectan, analizan y corrigen desviaciones. También, establecen mejoras (ejemplos: seguimiento y medición de la satisfacción del cliente, auditorías internas, etc.).
- **Procesos estratégicos:** aquellos procesos que conducen a la organización a alcanzar sus objetivos y tienen un mayor impacto sobre los clientes y su satisfacción.
- **Procesos operativos, productivos, de prestación de servicio:** aquellos procesos que permiten generar el producto o servicio, por lo que afectan directamente al nivel de satisfacción del cliente.
- **Procesos de apoyo:** aquellos procesos que dan soporte a los procesos operativos y no tienen un efecto directo sobre el nivel de satisfacción del cliente (ejemplos: gestión de la formación del personal, gestión de compras, facturación y cobros, etc.).

La Figura 2 proporciona una representación esquemática de cualquier proceso y muestra la interacción de sus elementos. Los puntos de control para hacer el seguimiento del desempeño y la medición, son específicos para cada proceso y variarán dependiendo de los riesgos relacionados [7].



**Figura 2. Representación esquemática de los elementos de un proceso [2].**

La aplicación del enfoque a procesos en un sistema de gestión de la calidad permite [7]:

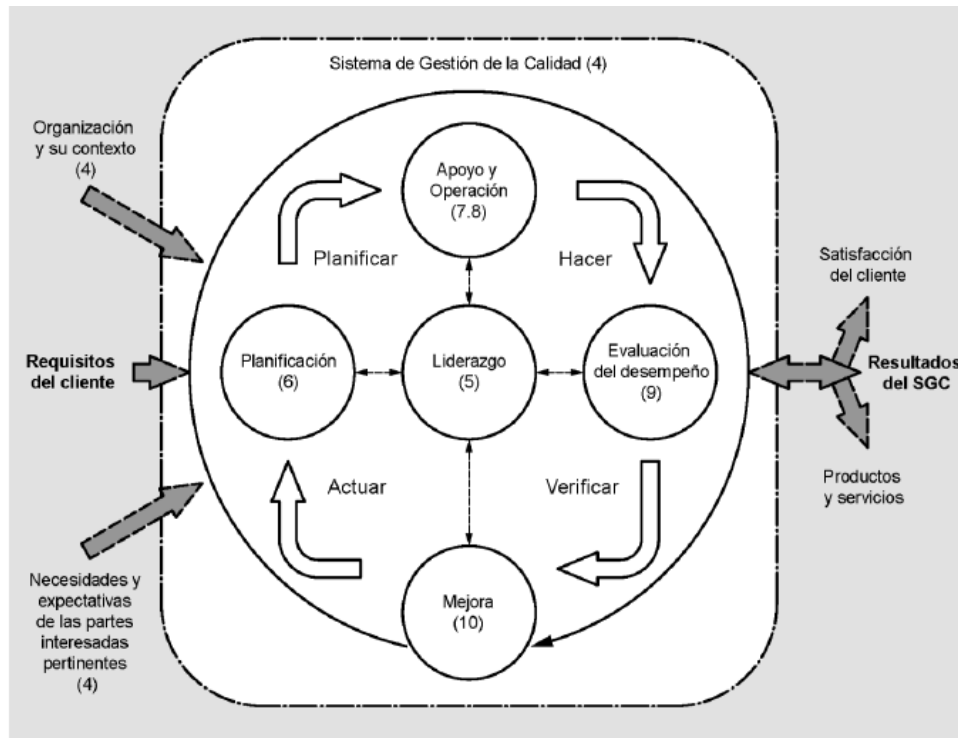
- La comprensión y la coherencia en el cumplimiento de los requisitos;
- La consideración de los procesos en términos de valor agregado;
- El logro del desempeño eficaz del proceso;
- La mejora de los procesos con base en la evolución de los datos y la información.

El enfoque a procesos es el principio esencial de UNE-EN ISO 9001:2015 y está intrínsecamente vinculado a dos conceptos:

- El ciclo PHVA (Planificar-Hacer-Verificar-Actuar).
- El pensamiento basado en riesgos.

### 1.3.1 Ciclo Planificar-Hacer-Verificar-Actuar

El enfoque a procesos de la Norma incorpora el ciclo PHVA tal y como se muestra en la Figura 3 (los números entre paréntesis corresponden a los capítulos de la Norma):



**Figura 3. Representación de la estructura de la Norma con el ciclo PHVA [2].**

El ciclo PHVA es un ciclo de mejora continua, con pensamiento basado en riesgos en cada etapa, que consiste en [7]:

- **Planificar:** establecer los objetivos del sistema y sus procesos, las actividades, los recursos y responsabilidades necesarias para proporcionar resultados de acuerdo con los requisitos del cliente y las políticas de la organización. Además, se debe identificar y abordar los riesgos y oportunidades.
- **Hacer:** realizar las actividades planificadas en los términos previstos.
- **Verificar:** tras la ejecución del proceso, realizar el seguimiento y medición sobre los resultados alcanzados y valorar su adecuación respecto a las políticas, los objetivos, los requisitos y las actividades planificadas.
- **Actuar:** tomar acciones para corregir las posibles desviaciones encontradas, o bien para mejorar los resultados previstos inicialmente.

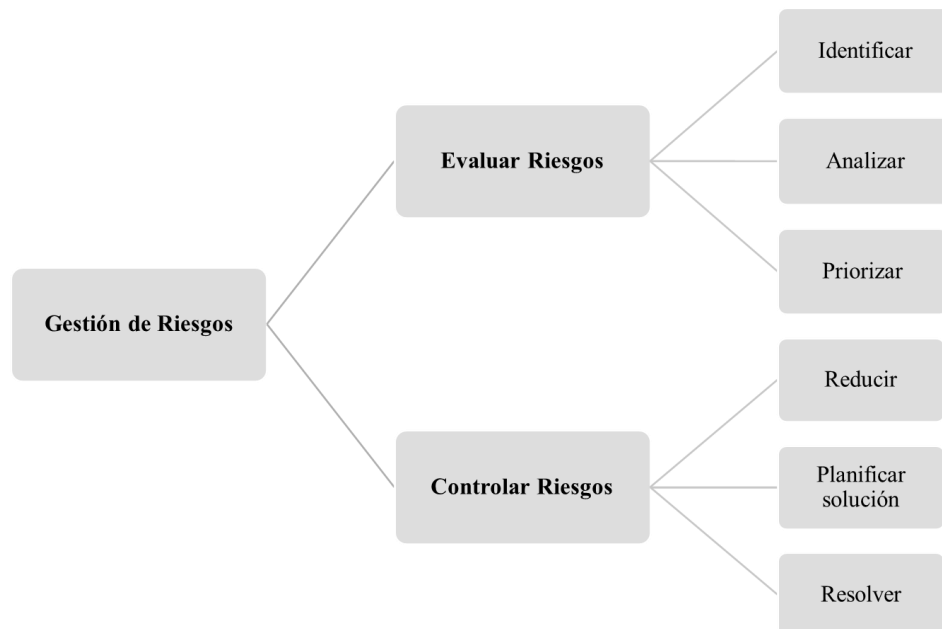
### 1.3.2 Pensamiento basado en riesgos

En ediciones anteriores de la Norma Internacional, ya existía un cierto enfoque preventivo pues era un requisito establecer un proceso de gestión de las “acciones

preventivas” que servían para controlar las “no conformidades potenciales” y de este modo, evitar que llegasen a ocurrir.

Con la versión 2015, el enfoque basado en riesgos es más completo porque integra la gestión preventiva en todo el sistema. La gestión de riesgos forma parte de la planificación y debe ser tenido en cuenta en las etapas de revisión y mejora del sistema. Permite a una organización determinar los factores que podrían causar que sus procesos y su SGC se desvíen de los resultados planificados.

De esta forma, el sistema se convierte en una herramienta más proactiva (anticipándose al riesgo) que reactiva (actuando cuando el riesgo ya existe). El pensamiento basado en el riesgo asegura que los riesgos sean evaluados y controlados (Figura 4) a través de planes de acción adecuados a sus consecuencias y efectos.



**Figura 4. Etapas en la Gestión de Riesgos.**

La organización, a la hora de planificar, debe considerar las cuestiones referidas a los requisitos y determinar los riesgos y oportunidades que son necesarios para asegurar que el sistema de gestión de la calidad pueda lograr sus resultados previstos, aumentar los efectos deseables, prevenir los no deseados y lograr la mejora.

No todos los procesos representan el mismo nivel de riesgo para la organización, y las consecuencias de los mismos no tienen el mismo impacto en la satisfacción del cliente, en la mejora continua o en la eficiencia de los procesos.

Algunas de las ventajas que presenta aplicar este enfoque son:

- La mejora generalizada de la gestión de la organización.
- Un mejor conocimiento del entorno.
- La mejora significativa de la confianza y la satisfacción de clientes.
- Mejor capacidad de reacción ante los cambios, tanto internos como externos.

La Norma, para facilitar y flexibilizar esta labor, no incorpora ningún requisito sobre la metodología para la gestión de los riesgos, pero sí hace referencia en diversas ocasiones al término “riesgos y oportunidades” [2] y hace explícita la necesidad de planificar los procesos previniendo los efectos negativos de la incertidumbre y aprovechando las oportunidades (condiciones favorables de la incertidumbre) que pueden presentarse.

Entendiendo por incertidumbre, “el estado, incluso parcial, de deficiencia de información relacionada con la comprensión o conocimiento de un evento, su consecuencia o su probabilidad” [1]. En la Tabla 3 se muestran las diferencias entre los términos riesgo e incertidumbre.

**Tabla 3. Diferencias entre riesgo e incertidumbre**

Riesgo	Incertidumbre
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Cuantificable</li> <li>- Probabilidad estadística</li> <li>- Base de datos</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- No cuantificable</li> <li>- Probabilidad subjetiva</li> <li>- Información especializada</li> </ul>

## 1.4 La estructura de alto nivel

Uno de los cambios más destacados de la versión 2015 respecto a la versión de 2008 es el cambio a la estructura denominada de “Alto Nivel”.

El objetivo de ISO con esta adaptación de todas sus normas de sistemas de gestión hacia una estructura común, es facilitar la integración de las normas cuando coexisten en una misma organización, como pueden ser los sistemas de gestión de la calidad, gestión ambiental o incluso la gestión organizativa (eficiencia energética, riesgos laborales, etc.).

La estructura de alto nivel proporciona [7]:

- Un índice común de capítulos y cláusulas.
- Los textos comunes para la descripción de requisitos genéricos.

- Las definiciones de los términos que son utilizados por diferentes sistemas de gestión.

Es importante indicar que la estructura de alto nivel debe ser respetada en la creación o modificación de las normas de sistemas de gestión de ISO, pero no implica la necesidad de cambiar la documentación de los sistemas de gestión de las organizaciones para adaptarlos a la nueva estructura o para usar los nuevos términos.



## **CAPÍTULO 2**

---

### **El Servicio General de Apoyo a la Investigación de la Universidad de La Laguna (SEGAI)**



## 2.1 Estructura

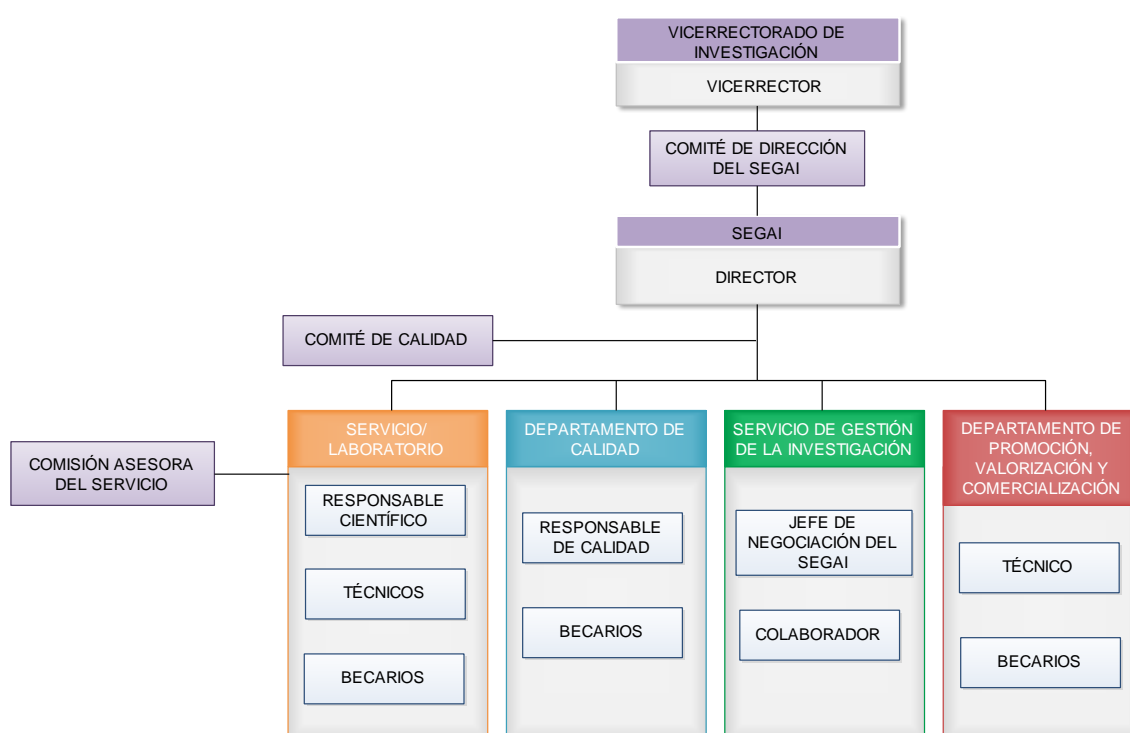
El Servicio General de Apoyo a la Investigación (SEGAI) de la Universidad de La Laguna, cuyo Reglamento de funcionamiento fue aprobado en Consejo de Gobierno el 31 de mayo de 2006 [8], es una estructura dependiente del Vicerrectorado de Investigación destinada a:

- Dar soporte científico, instrumental y técnico a los diferentes grupos de investigación de la Universidad de La Laguna (ULL), así como a cualquier organismo público o privado, en el marco de convenios, conciertos, o acuerdos que establezcan con la Universidad, así como a usuarios a título individual.
- Desarrollar métodos y técnicas de apoyo a la investigación de acuerdo con las directrices de la política científica de la ULL.
- Impulsar, de forma activa, las relaciones Universidad-Empresa por medio de la prestación de servicios y formación, así como en el desarrollo y transferencia de tecnología, con el fin de colaborar en la innovación empresarial y en el desarrollo regional.
- Participar en redes nacionales o internacionales de centros de soporte a la investigación.

La Universidad de La Laguna dispone de una infraestructura científica de medio/alto coste, que pone a disposición de sus investigadores con la finalidad de optimizar estos recursos, y buscar además su máximo rendimiento al ofertarlos a otros investigadores externos.

El SEGAI es una entidad universitaria innovadora que aspira a constituirse en una unidad de referencia en la I+D+i que se desarrolla en la ULL y en el tejido empresarial

y científico de la Comunidad Autónoma de Canarias, actuando como motor de transferencia de tecnología y conocimiento, colaborando de esta manera, para que la ULL sea más competitiva, y más cercana y accesible a la sociedad. La célula básica del SEGAI son los Servicios, que se corresponden en general con una técnica instrumental o conjunto de técnicas afines. Al frente de cada Servicio se encuentra un responsable científico, quien organiza su funcionamiento coordinando al personal técnico y/o becarios adscritos, quienes son los responsables directos de la realización de las prestaciones que soliciten los usuarios. A continuación (Figura 5), se muestra el organigrama del personal del SEGAI:



**Figura 5. Organigrama personal del SEGAI.**

Algunos de los servicios localizados en el Campus de Anchieta están centralizados en el edificio SEGAI (Figura 6), construido en 2013. Otros servicios integrados están localizados en los Campus de Anchieta y Ofra, y en la Facultad de Humanidades, en las secciones de Filología y Bellas Artes.



**Figura 6. Sede del SEGAI, en el Campus de Anchieta.**

La gestión integral del SEGAI se realiza a través de su página web [9], desde solicitudes de prestación de servicios, gestión de compras, reclamaciones, etc.

El SEGAI está constituido por treinta y dos Servicios y dos Departamentos que se organizan en cuatro divisiones o secciones:

### **1. División de Análisis Elemental y Molecular.**

La división de Análisis Elemental y Molecular (Tabla 4) está integrada por un conjunto de técnicas que, a partir de la interacción de la radiación electromagnética con la muestra en estudio, permiten obtener información sobre los elementos y las moléculas que las constituyen, siendo posible determinar su composición y concentración, así como también elucidar la estructura molecular que presentan. Estas técnicas están disponibles en los siguientes Servicios:

**Tabla 4. División de Análisis Elemental y Molecular.**

<b>División de Análisis Elemental y Molecular</b>	
<b>SERVICIOS</b>	<b>LOCALIZACIÓN</b>
Servicio de Análisis Elemental y Espectrometría de Masas (SEMAE)	Edificio del IUBO, Campus de Anchieta
Servicio de Dicroísmo Circular (SDC)	
Servicio de Resonancia Magnética Nuclear (SRMN)	
Servicio de Espectroscopia de Absorción Atómica (SEAA)	Edificio del SEGAI, Campus de Anchieta
Servicio de Espectroscopia Infrarroja (SEI)	
Servicio de Técnicas Agroalimentarias (STA)	

División de Análisis Elemental y Molecular	
SERVICIOS	LOCALIZACIÓN
Servicio de Análisis Lipídicos (SALIP)	

## 2. División de Caracterización de Materiales y Superficies.

En la división de Caracterización de Materiales y Superficies (Tabla 5), se llevan a cabo los estudios de las propiedades físicas y la determinación de la composición de muestras de materiales y de superficies de diferente naturaleza. Las técnicas disponibles permiten conocer distintas propiedades de los sólidos, como por ejemplo la densidad, la viscosidad, la microdureza, el tamaño de partícula, la porosidad, las propiedades magnéticas, la estructura cristalina y las fases constituyentes, el comportamiento con la temperatura, la topografía superficial y la composición elemental, entre otras. En esta división se encuentran los siguientes Servicios:

**Tabla 5. División de Caracterización de Materiales y Superficies.**

División de Caracterización de Materiales y Superficies	
SERVICIOS	LOCALIZACIÓN
Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies (LCPM)	Edificio del SEGAI, Campus de Anchieta.
Servicio de Análisis Térmico (SAT)	
Servicio Integrado de Difracción de Rayos X (SIDIX)	
Servicio de Microscopia Electrónica (SME)	
Servicio de Medidas Magnéticas (SMM)	
Servicio de Microscopia de Fuerzas Atómicas (SMFA)	Facultad de Ciencias Sección de Química, Campus de Anchieta.
Servicio del Sistema Multitécnicas de Análisis de Superficies (SSMAS)	

## 3. División de Tecnologías Biomédicas.

En la división de Tecnologías Biomédicas (Tabla 6) se encuentran los siguientes Servicios:

**Tabla 6. División de Tecnologías Biomédicas.**

División de Tecnologías Biomédicas	
SERVICIOS	LOCALIZACIÓN
Estabulario y Animalario (EA)	Campus de Anchieta y Ofra.
Instalaciones Radiactivas del Campus de Anchieta (IRA 1727)	Facultad de Ciencias de la Salud Sección de Farmacia, Campus de Anchieta.
Laboratorio de Producción de Patrones Toxicológicos (LPPT)	Facultad de Ciencias Sección de Química, Campus de Anchieta.
Servicio de Proteómica (SP)	Campus de Ofra.
Servicio de Resonancia Magnética para Investigaciones Biomédicas (SRMIB)	
Servicio del Registro de Señales Eléctricas in vivo e in vitro (SRSE)	
Laboratorio de Física Médica y Radioactividad Ambiental (FIMERALL)	
Servicio de Genómica (SG)	Edificio del SEGAI, Campus de Anchieta.

#### 4. Otros Servicios de apoyo científico-técnicos.

Los demás servicios y departamentos se engloban en la división Otros servicios de apoyo científico-técnicos, (Tabla 7):

**Tabla 7. Otros servicios de apoyo científico-técnico.**

Otros servicios de apoyo científico-técnicos	
SERVICIOS	LOCALIZACIÓN
Servicio de Apoyo a Criminalística Forense (SACF)	Edificio del SEGAI, Campus de Anchieta.
Servicio de Nitrógeno Líquido (SNL)	Edificio del IUBO, Campus de Anchieta
Laboratorio de Fabricación Digital (LFAB)	Facultad de Humanidades, Sección de Bellas Artes, Campus de Guajara.
Servicio de Análisis y Documentación de Obras Arte (SADOA)	
Laboratorio de Fonética (LF)	Facultad de Humanidades, Sección de Filología, Campus de Guajara.

Otros servicios de apoyo científico-técnicos	
SERVICIOS	LOCALIZACIÓN
Servicio de Bibliometría y Gestión Documental (SBGD)	Facultad de Ciencias Políticas, Sociales y de la Comunicación, Campus de Guajara.
Servicio de Apoyo Informático a la Investigación (SAII)	Escuela Superior de Ingeniería y Tecnología, Campus de Anchieta.
Servicio de Mecánica (SM)	
Servicio de Electrónica (SE)	Facultad de Ciencias Sección de Física, Campus de Anchieta.
Herbario TFC (recientemente adscrito al SEGAI)	Facultad de Ciencias de la Salud Sección de Farmacia, Campus de Anchieta.

Estos Servicios disponen de una tecnología de vanguardia y, en conjunto, ofrecen a las empresas más de 120 aplicaciones industriales, así como informes y asesoramiento técnico de alto nivel. Sus aplicaciones pueden presentarse agrupadas en 13 sectores industriales:

- Análisis de la voz y ondas sonoras.
- Análisis y tratamiento de aguas.
- Biomedicina.
- Conservación y restauración de obras de arte y patrimonio histórico.
- Construcción y obras públicas.
- Cosmética y perfumería.
- Diseño y fabricación industrial.
- Electrónica.
- Industria agroalimentaria.
- Industria del metal.
- Industria farmacéutica.
- Industria química.



- Peritaje forense.

Además, el SEGAI cuenta con dos departamentos de gestión interna:

- **Departamento de Calidad**

El Departamento de Calidad se encarga de mantener el sistema de gestión de calidad del SEGAI, basado en la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001, cuyo alcance son los procedimientos generales y 9 de los 32 Servicios de los que cuenta. El SEGAI también posee el sello +400 del modelo EFQM de Excelencia en Gestión Empresarial, que abarca a toda la organización.

- **Departamento de Promoción, Valorización y Comercialización**

El Departamento de Promoción, Valorización y Comercialización tiene como fin llevar a cabo las actividades relacionadas con la difusión de los conocimientos, experiencia y habilidades de los Servicios fuera del ámbito académico y facilitar el uso, la aplicación y la explotación del conocimiento y las capacidades del SEGAI por otras instituciones de I+D, el sector productivo o la sociedad en general.

Las colaboraciones con otros centros de investigación, con la industria, y con la pequeña y mediana empresa, apoyan la misión principal del SEGAI de ser motor de transferencia de tecnología y conocimiento, contribuyendo a incrementar el bienestar económico, social y cultural de la sociedad.

Entre las múltiples colaboraciones que actualmente tiene el SEGAI con otras entidades, habría que destacar los convenios que se detallan a continuación:

- Instituto de Productos Naturales y Agrobiología del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (IPNA-CSIC).
- Parque Científico y Tecnológico de Tenerife (PCTT).
- Instituto Médico Tinerfeño S. A. (IMETISA).
- Instituto Canario de Análisis Criminológico.
- Asesores de Inversión, Financiación y Peritos Judiciales.
- Asociación Profesional Colegial de Peritos Judiciales del Reino de España.

## 2.2 Prestación de servicios

Las prestaciones de servicios pueden ser solicitadas por cualquier usuario que se haya dado de alta en el sistema. El SEGAI clasifica a sus usuarios en dos tipos:

- Usuarios internos: profesores e investigadores, que forman parte de los grupos de investigación registrados o de los departamentos o institutos de la ULL.
- Usuarios externos: aquellos usuarios pertenecientes tanto a Organismos Públicos de Investigación (OPIs) como a empresas.

Los usuarios internos/externos a su vez pueden ser:

- Usuarios titulares: aquellos usuarios con potestad para autorizar el pago de facturas. Los usuarios titulares internos son los investigadores responsables de un proyecto de investigación vigente, financiado con fondos públicos o privados, o los directores de los departamentos o institutos de la ULL. Los usuarios titulares externos son los representantes de las entidades o empresas.
- Usuarios autorizados: aquellos usuarios autorizados por el usuario titular para solicitar la prestación de servicios pero que no pueden autorizar el pago correspondiente.

Los servicios que oferta el SEGAI son de naturaleza muy amplia y están sujetos a las correspondientes tarifas. De manera general, la actividad asistencial del SEGAI puede ser:

- Realización de ensayos.
- Apoyo tecnológico a la docencia y a la investigación por medio del alquiler de equipos e instalaciones (laboratorios o quirófanos).
- Asesoramiento en el desarrollo de proyectos de investigación.

En cumplimiento de la legislación vigente, cada año, el presupuesto de la Universidad de La Laguna establece las tarifas correspondientes de cada uno de los servicios, que es función de su coste y del tipo de organismo que solicita el servicio, según sean grupos de investigación de la propia Universidad (ULL), Organismos Públicos de Investigación (OPIs) o entidades privadas. Las tarifas de precios [10] pueden verse alteradas si existe algún tipo de convenio entre el SEGAI y la organización correspondiente.

La prestación del servicio queda garantizada por la existencia de un sistema de gestión de calidad basado en la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001. Además, posee el Sello de Excelencia Europea +400 por su gestión empresarial que aplica a toda su estructura. Por otra parte, el Laboratorio de Física Médica y Radioactividad Ambiental (FIMERALL) está acreditado desde el año 2015, según la norma UNE-EN ISO/IEC 17025, para la realización de ensayos en el área de protección radiológica en aguas de consumo.

## **2.3 Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies**

El Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies (LCPM) de la ULL, localizado en la planta -2 del edificio SEGAI (Campus de Anchieta), está adscrito al Servicio General de Apoyo a la Investigación.

El objetivo de este Servicio es dar apoyo tecnológico a los grupos de investigación de la ULL, a otros organismos públicos y a empresas del entorno, además de colaborar con la docencia de aquellas disciplinas universitarias que por su naturaleza lo requieran.

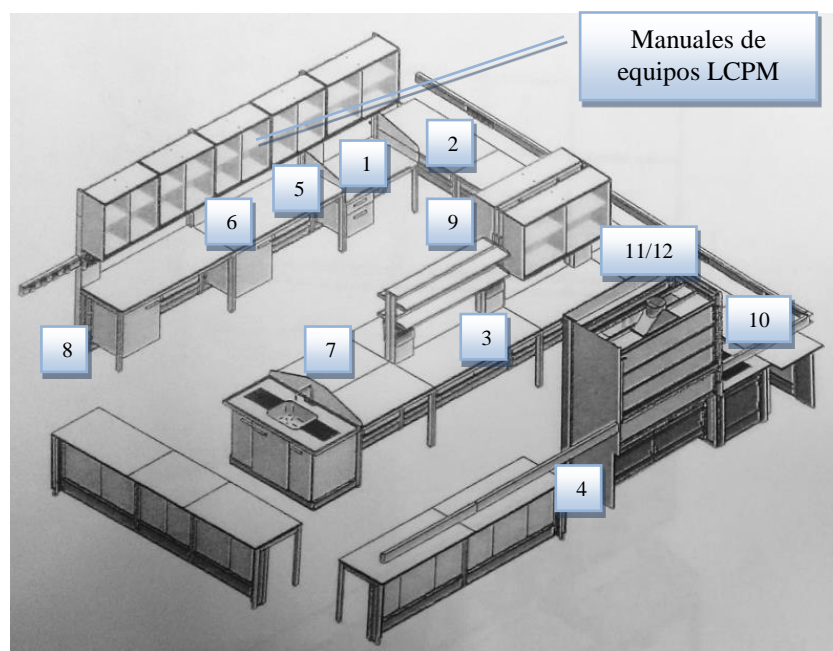
Las prestaciones de servicio las pueden realizar un técnico y/o un becario. Algunos equipos podrán ser utilizados por personal cualificado para este fin, siempre bajo supervisión del Servicio (analizador de partículas Zetasizer Nano ZS, analizador de tamaño de partícula Mastersizer, picnómetro de helio y reómetro). Quedando prohibida su manipulación por toda persona no cualificada. Las responsabilidades se describen dentro del Procedimiento Operativo del Servicio de LCPM incluido dentro de esta Memoria.

En este Laboratorio se realiza la caracterización microestructural de superficies y sólidos pulverulentos de distinta naturaleza en cuanto a tamaño de partícula, potencial zeta, dureza, porosidad y superficie específica, entre otros parámetros.

Los campos de aplicación son muy variados. Por ejemplo, la dureza de un material así como sus propiedades elásticas, plásticas y de deformación están relacionadas con su calidad, durabilidad, resistencia, eficiencia, envejecimiento y alteración física o química, y son características que determinan el uso del material en la construcción, como recubrimientos (pinturas o lacas), como componentes electrónicos, o como gomas

o materiales poliméricos con aplicación a nivel industrial o biomédico. La determinación de tamaño de partícula y potencial zeta permite obtener información sobre los procesos implicados en la estabilización o floculación de sistemas dispersos de interés en procesos industriales y tratamiento de aguas, así como sobre su comportamiento en distintos fluidos biológicos. El conocimiento de la densidad, de la superficie específica y de la porosidad de un material es importante en la fabricación de resinas, pigmentos, adsorbentes, filtros, cerámicas, papel, fármacos y excipientes farmacéuticos, catalizadores, etc., [11].

El Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies (LCMP) actualmente dispone de los siguientes equipos que se distribuyen en el laboratorio tal como se muestra en la Figuras 7 y 8:



**Figura 7. Distribución de los equipos en el LCMP.**

**ANALIZADOR DE FISISORCIÓN /DESORCIÓN CON N<sub>2</sub>**

- Modelo ASAP 2020
- Fabricante Micromeritics

1

**ANALIZADOR RÁPIDO DE FISISORCIÓN CON N<sub>2</sub>**

- Modelo Gemini V
- Fabricante Micromeritics

2

**PICNÓMETRO DE HELIO**

- Modelo Accupyc 1330
- Fabricante Micromeritics

3

**POROSÍMETRO DE MERCURIO**

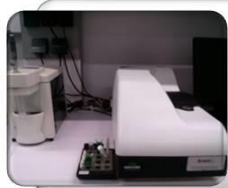
- Modelo Autopore IV 9520
- Fabricante Micromeritics

4

**REÓMETRO. ANALIZADOR DE VISCOSIDAD/DENSIDAD DE FLUIDOS**

- Modelo CVO-100-901
- Fabricante Malvern Instruments Ltd.

5

**ANALIZADOR DE TAMAÑO DE PARTÍCULA (5-1000 nm) Y POTENCIAL Z**

- Modelo Zetasizer Nano ZS
- Fabricante Malvern Instruments Ltd.

6

**ANALIZADOR DE TAMAÑO DE PARTÍCULA (100 nm-1000 μm)**

- Modelo Mastersizer 2000
- Fabricante Malvern Instruments Ltd.

7

**MEDIDOR DE DUREZA. MICRODURÓMETRO**

- Modelo Fischerscope H100 XYp
- Fabricante Helmut Fischer GMBH+ CO KG

8

	<b>INCUBADOR</b> • Modelo Heraeus	9
	<b>BALANZA ANALÍTICA</b> • Modelo Mettler AE200	10
	<b>ANALIZADOR DE ADSORCIÓN DE VAPOR DE AGUA</b> (No operativo) • Modelo Hydrosorb HS-10 • Fabricante Quantachrome	11
	<b>ANALIZADOR DE PRESIÓN OSMÓTICA</b> (No operativo) • Modelo Osmomat 070 • Fabricante Gonotec	12

Figura 8. Equipos del LCPM.

## **CAPÍTULO 3**

---

### **Sistema de gestión de la calidad del SEGAI**





### **3.1 Sistema de gestión de la calidad del SEGAI**

El SGC del SEGAI está basado en la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001. En junio de 2017, el SEGAI adaptó su SGC a la nueva versión de la Norma y amplió el alcance de su certificación incluyendo al Servicio de Espectroscopía Infrarroja.

En la actualidad, el SGC del SEGAI está certificado conforme a la Norma UNE-EN ISO 9001:2015 en 9 de sus 32 servicios, y está parcialmente implantado en los restantes. Los servicios certificados son:

- Estabulario y Animalario
- Laboratorio de Fonética
- Servicio de Electrónica
- Servicio de Genómica
- Servicio de Mecánica
- Servicio de Microscopía Electrónica
- Servicio de Resonancia Magnética para Investigaciones Biomédicas
- Servicio Integrado de Difracción de Rayos X
- Servicio de Espectroscopía Infrarroja

Otro reconocimiento al compromiso del SEGAI con la calidad y la excelencia es que en Marzo de 2017 AENOR le otorgó la renovación, por concesión del Club de Excelencia en Gestión, el Sello de Excelencia Europea +400, que aplica a toda su estructura, y con una vigencia de dos años. Se trata del primer Servicio científico-técnico de las universidades españolas en obtener esta distinción.

Y con objeto de demostrar la competencia técnica y la capacidad de producir resultados técnicamente válidos, el Laboratorio de Física Médica y Radioactividad Ambiental (FIMERALL) está acreditado desde el año 2015, según la norma UNE-EN ISO/IEC 17025, para la realización de ensayos en el área de protección radiológica en aguas de consumo.

### **3.2 Información documentada del sistema de gestión de calidad del SEGAI**

Uno de los cambios más significativos de la actual Norma, UNE-EN ISO 9001:2015 es la disminución de los requisitos documentales y la introducción del término “información documentada” frente a los “requisitos de documentación” de la antigua versión. Ahora la importancia recae más en conservar evidencias que en mantener documentación. Queda en manos de la organización decidir qué documentos son los necesarios para asegurar la eficacia del sistema.

A pesar del cambio en la terminología, no hay ningún requisito para que los términos utilizados previamente por una organización se reemplacen por los términos empleados en la nueva versión, lo que quiere decir que se pueden seguir empleando los términos “registro”, “documentación”, “procedimiento” e “instrucción técnica” en lugar de “información documentada” [7].

Es por ello, que el SEGAI, sigue manteniendo la estructura documental y los documentos y registros generados hasta el momento. La información documentada del SGC del SEGAI incluye los requisitos de la Norma, los documentos definidos por el SEGAI para asegurar el funcionamiento y registros que evidencian el cumplimiento de las distintas actividades desarrolladas.

El SGC del SEGAI queda definido en los siguientes documentos:

- Manual de Calidad (incluye la Política de Calidad y el Mapa de Procesos)
- Procedimientos Generales
- Procedimientos Operativos
- Instrucciones Técnicas
- Registros y formatos asociados

A continuación, se describen los aspectos más importantes de algunos de estos documentos.

### 3.2.1 Manual de Calidad del SEGAI

A pesar de que la nueva versión de la Norma no impone como requisito la existencia de un Manual de Calidad, el SEGAI mantiene la estructura documental generada hasta el momento, por lo que dispone de un Manual de Calidad. Éste tiene por objeto definir el SGC cumpliendo con todos los requisitos de la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001:2015.

El Manual de Calidad contiene una serie de capítulos donde se recogen los diferentes requisitos de la Norma UNE-EN ISO 9001 referentes a:

- **Generalidades.** Aquí se define la estructura del SEGAI, el objeto y campo de aplicación, las referencias normativas, los términos y definiciones de aplicación en materia de calidad.
- **Contexto de la organización.** Este epígrafe incluye el análisis del contexto interno y externo del SEGAI, el análisis de las expectativas y los requisitos de las partes interesadas que el SEGAI define como pertinentes, la determinación del alcance del SGC y sus procesos (descripción y mapa).
- **Liderazgo.** Se recogen las directrices del compromiso de la dirección, la política de calidad, que se incluye como anexo, y el conjunto de acciones a emprender para alcanzarlos. Aquí se define la composición del Comité de Calidad del SEGAI y se establecen las funciones y responsabilidades de todo el personal de la organización. Una vez al año la dirección del SEGAI realiza una revisión global del SGC con objeto de verificar su adecuación y eficacia para cumplir con los requisitos de la Norma UNE-EN ISO 9001.
- **Planificación.** Incluye nuevos aspectos como el análisis de riesgos y oportunidades extraído del análisis del contexto, de las partes interesadas y de los procesos. También aborda los objetivos del SGC y la planificación del cambio a la hora de ofertar un nuevo servicio o modificar uno ya existente.
- **Gestión de los recursos.** La dirección del SEGAI proporciona los recursos necesarios (materiales y humanos) para implantar y mantener el SGC de forma

continua, asegurando la mejora permanente de los procesos y logro de satisfacción de los usuarios de sus Servicios.

- **Realización del servicio.** Todas las actividades necesarias para la prestación de los servicios están planificadas y documentadas en el SGC del SEGAI de manera que el personal implicado en su realización dispone de instrucciones claras para su realización. En la documentación desarrollada se establecen los controles necesarios para asegurar la calidad del servicio y la eficacia de los procesos, así como también los medios necesarios para asegurar la identificación y trazabilidad adecuadas del servicio prestado, y del estado en que se encuentra el producto o servicio a lo largo de la ejecución de las actividades. Los requisitos de los usuarios quedan identificados y son revisados por el personal de los Servicios con el fin de asegurar la satisfacción de los usuarios. Se ha establecido un sistema de control del mantenimiento adecuado de todas las instalaciones, así como de los equipos y sistemas necesarios para la prestación de los servicios. El procedimiento de compras y contrataciones se encuentra sometido a un proceso de estimación de requisitos, autorizaciones y responsabilidades de compra según el tipo de pedido o material que se trate. Los proveedores son sometidos a un proceso de evaluación de su capacidad para cumplir con los requisitos del SEGAI.
- **Medición, análisis y mejora.** La dirección del SEGAI mide y evalúa la calidad del servicio prestado en base a datos sobre la satisfacción de los usuarios, evaluación de indicadores de calidad, objetivos, análisis de las quejas, sugerencias y reclamaciones, auditorías internas y gestión de no conformidades y acciones correctivas y preventivas.

### 3.2.2 Procedimientos del SEGAI

Los procedimientos son documentos en los que se describe de forma específica como debe realizarse un proceso, incluyendo las responsabilidades correspondientes. Los procedimientos del SEGAI se clasifican en:

- **Procedimientos Generales.** Son procedimientos cuyo alcance incluye a todos los Servicios del SEGAI.

- **Procedimientos Operativos.** Son procedimientos específicos de cada Servicio del SEGAI.

En la Tabla 8 y 9 se muestran los Procedimientos Generales y Operativos con los que cuenta el SGC del SEGAI, respectivamente.

**Tabla 8. Procedimientos Generales del SEGAI.**

<b>Código</b>	<b>Nombre documento</b>
PG-01	Elaboración y control de la documentación y registros
PG-02	Gestión de compras
PG-03	Evaluación de proveedores externos
PG-04	Gestión del mantenimiento
PG-05	Gestión del personal
PG-06	Control de equipos de seguimiento y medición
PG-07	Prestación de servicios
PG-08	Análisis de la satisfacción del usuario y gestión de reclamaciones
PG-09	Gestión de no conformidades, acciones correctivas y preventivas
PG-10	Auditorías internas
PG-11	Revisión del sistema por la Dirección
PG-12	Definición y seguimientos de objetivos de calidad
PG-13	Gestión de la comunicación

**Tabla 9. Procedimientos Operativos del SEGAI.**

<b>Código</b>	<b>Nombre documento</b>
PO-SIDIX	Procedimiento operativo del Servicio Integrado de Difracción de Rayos X.
PO-LF	Procedimiento operativo del Laboratorio de Fonética.
PO-SRMIB	Procedimiento operativo del Servicio de Resonancia Magnética para Investigaciones Biomédicas.

Código	Nombre documento
PO-EA	Procedimiento operativo del Estabulario - Animalario.
PO-SG	Procedimiento operativo del Servicio de Genómica.
PO-SE	Procedimiento operativo del Servicio de Electrónica.
PO-SM	Procedimiento operativo del Servicio de Mecánica.
PO-SEI	Procedimiento operativo del Servicio de Espectroscopía Infrarroja

### 3.2.3 Instrucciones técnicas

Las Instrucciones Técnicas son documentos de carácter técnico que describen con detalle (quién, cómo, cuándo, dónde, etc.) el desarrollo de determinada actividad. Son propias de cada Servicio, ya que constituyen la información técnica sobre la que se basan algunos de los procedimientos anteriores. En la Tabla 10 se expone como ejemplo las instrucciones técnicas propias del Servicio de Mecánica.

**Tabla 10. Instrucciones técnicas del Servicio de Mecánica.**

Código	Nombre documento
IT-SM-01	Medición geométrica de piezas con MMC QM 353
IT- SM-02	Torneado con MICROCUT TC-1440
IT- SM-03	Mecanizado/Fresado CNC de piezas con MICROCUT MCV-2412
IT- SM-04	Tronzado de perfiles con MG CY-210

### 3.2.4 Registros asociados

Los registros son la base documental de comprobación de la correcta implantación del SGC, ya que permiten comprobar el comportamiento de la organización conforme a los requisitos establecidos. El formato de un registro queda definido en el procedimiento o instrucción técnica al que pertenece. Los registros de datos deben ser legibles y fácilmente identificables con la actividad, con el material, proceso o producto a los que se refieren.

Los registros pueden mantenerse en soporte informático o bien en soporte papel.

Los registros del SGC del SEGAI se identifican mediante su nombre y su código. El código de registro es de tipo R.YY/COD, donde YY corresponde al número de registro asignado de forma correlativa para cada procedimiento, COD es el código del documento superior de referencia (Procedimiento o Instrucción Técnica).

Los registros son archivados en diferentes dependencias del SEGAI (Servicios, Departamento de Calidad, Administración y Dirección), en los lugares destinados al efecto atendiendo a su uso y disponibilidad por las personas interesadas. En cada procedimiento se recoge la responsabilidad del archivo y conservación de los registros asociados a dicho documento.

De forma general se aplican los siguientes tiempos de conservación de registros:

- Tiempo ilimitado para todos aquellos registros relacionados con autorizaciones administrativas, licencias de actividades y relacionados.
- Cinco años para los registros de carácter legal o requerido por la legislación, salvo que en la legislación aplicable se establezca otro periodo superior.
- Tres años para el resto de registros del SGC, excepto cuando se establezca otra condición de forma contractual con el usuario o parte interesada.

### **3.3 Estructura de los documentos del SGC**

El Procedimiento PG-01 “Elaboración y control de documentos y registros” del SEGAI establece la estructura que deben tener los procedimientos generales, operativos e instrucciones técnicas, a excepción del Manual de Calidad, que es el único documento que tiene una estructura diferente al resto.

La estructura debe tener los siguientes elementos:

- Encabezado: fija la posición en la que deben colocarse los logos de la ULL y del SEGAI. Además, establece la obligación de incluir los siguientes elementos: título del documento, tipo de documento (procedimiento general, operativo o instrucción técnica), código, número de revisión, número de página y páginas totales para cada procedimiento, excepto los anexos que se numeran independientemente.

- Pie de página: se incluye la dirección administrativa del SEGAI y fija la posición en la que deben colocarse los sellos de calidad.
- Portada: debe incluir el título del procedimiento, las firmas de los responsables de la elaboración, revisión y aprobación del documento; así como el control de distribución de las copias controladas y las modificaciones a la edición anterior.
- Páginas interiores: en las páginas siguientes se desarrolla el contenido del documento, estructurado en los siguientes apartados:
  1. Objeto: descripción de los objetivos que motivan la redacción y aplicación del procedimiento.
  2. Alcance: se define el campo o área de aplicación, y en qué medida se aplica el procedimiento.
  3. Responsabilidades: se definen las responsabilidades para cada actividad descrita en el procedimiento.
  4. Definiciones: se describen los términos, conceptos y expresiones que se desee normalizar, o que puedan resultar ambiguos o de interpretación subjetiva.
  5. Diagrama de flujo: es una representación esquemática del desarrollo del documento.
  6. Desarrollo: se describe la técnica operativa de las actividades y procesos necesarios para cumplir con los objetivos del procedimiento.
  7. Registros: en este apartado se muestra una tabla con los formatos que serán utilizados como registros relacionados con las actividades descritas en el procedimiento, su código, nombre del registro, el responsable de elaborarlos, revisarlos, aprobarlos y archivarlos, el soporte, así como el periodo de archivo.
- Anexos: una vez completadas las páginas correspondientes al texto se incluyen los anexos que corresponda con paginación independiente, flujograma y los formatos de los registros.



### 3.4 Codificación y revisiones

Los responsables de elaborar un documento tienen también la responsabilidad de identificarlo con su codificación correspondiente, solicitando, en caso necesario, su codificación al Responsable de Calidad.

La codificación de los documentos se muestra en la Tabla 11.

**Tabla 11. Codificación de los documentos.**

Documento	Código	Significado del código
Manual de Calidad	MC	
Procedimiento General	PG-YY	YY: grupo de dos dígitos que indican el número identificativo del documento emitido entre sus análogos.
Procedimientos Operativos	PO-XX	XX: código que identifica al Servicio que emite el documento.
Instrucciones Técnicas	IT-XX-YY	XX: código en letras mayúsculas que identifica al Servicio que emite el documento. YY: grupo de dos dígitos que indican el número identificativo del documento emitido entre sus análogos.
Registros	R.YY/COD	YY: número correlativo del formato definido en el procedimiento o instrucción técnica. COD: código del procedimiento o instrucción técnica donde se elabora por primera vez el formato.
Documentación externa de un Servicio	DE.XX-YY-ZZ	XX: código en letras mayúsculas que identifica al Servicio que emite el documento. YY: grupo de dos dígitos que indican el número identificativo del documento emitido entre sus análogos. ZZ: grupo de dos dígitos que indican el número identificativo del documento emitido entre sus distintas versiones.

Las responsabilidades de elaborar, revisar y/o aprobar los diferentes documentos recaen en el personal indicado en la Tabla 12.

**Tabla 12. Responsabilidades documentales del personal.**

	Manual de Calidad	Procedimientos	Instrucciones Técnicas
<b>Elaboración</b>	Responsable de Calidad	Responsable de Calidad / Responsable del Servicio	Responsable del Servicio

	Manual de Calidad	Procedimientos	Instrucciones Técnicas
<b>Revisión</b>	Responsable de Calidad / Director	Responsable del Servicio / Responsable de Calidad / Director	Responsable del Servicio / Responsable de Calidad
<b>Aprobación</b>	Director	Director	Director

Cualquier miembro del SEGAI puede solicitar modificaciones al Responsable de Calidad en la documentación, cuando bajo su criterio detecte la necesidad de revisar o modificar un documento. Esto se hará según lo descrito en el PG-01 “Elaboración y control de documentos y registros”.

Las revisiones de los documentos son inspeccionadas y aprobadas por los mismos responsables de su revisión y aprobación original, dando fe de su autorización mediante la firma en el registro.

Los cambios introducidos se incluirán en el apartado de “modificaciones respecto a la edición anterior” de la portada de cada documento.

### **3.5 Necesidades de documentación para incluir el Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies en el alcance del SGC del SEGAI**

Con el fin de incluir las actividades que se desarrollan en el Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies en el alcance del SGC del SEGAI, se inició el desarrollo de la documentación en junio de 2016, con el Proyecto de Fin de Carrera de la Titulación de Ingeniería Química cuyo título es “Implantación de un Sistema de gestión de la calidad basado en la Norma UNE-EN ISO 9001:2008 en los Servicios de Caracterización de Partículas y Microsuperficies y Análisis Térmico de Servicio General de Apoyo a la Investigación de la Universidad de La Laguna” por la autora, Guacimara Pérez Díaz.

Una vez analizada la documentación elaborada en dicho proyecto y los requisitos documentales del SGC del SEGAI se acuerda la necesidad de modificar y/o elaborar la siguiente documentación:

- a) Según los Procedimientos Generales.

- PG-01 Elaboración y control de la documentación y registros: elaborar la "Lista de documentos en vigor" (R.01/PG-01).
  - PG-04 Gestión del mantenimiento: establecer el "Plan de mantenimiento preventivo" (R.02/PG-04).
  - PG-06 Control de equipos de seguimiento y medición: elaboración del "Plan de calibración/ Verificación de equipos" (R.01/PG-06) y para cada uno de los equipos del Servicio la "Ficha técnica e Historial de equipo" (R.02/PG-06) y la "Etiqueta de identificación".
- b) Procedimientos Operativos. Es necesario actualizar y ampliar el Procedimiento Operativo del Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies y del Servicio de Análisis Térmico (PO-LCPM-SAT) y sus correspondientes registros.
- c) Instrucciones Técnicas y sus respectivos registros. Se deben elaborar los siguiente documentos:
- a. Manejo del porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (IT-LCPM-04).
  - b. Manejo del picnómetro de helio Accupyc 1330 (IT-LCPM-05).
  - c. Manejo del microdurómetro Fischerscope H100C XYp (IT-LCPM-09).
  - d. Manejo del reómetro CVO-100 (IT-LCPM-10).
  - e. Manejo del analizador de partículas Zetasizer Nano ZS (IT-LCPM-11).
- d) Documentación externa: etiquetar, localizar e identificar la documentación externa del Servicio.

En el Capítulo 4 se incluye dicha documentación.



## **CAPÍTULO 4**

---

### **Documentación elaborada**



En este capítulo se muestra toda la documentación elaborada para incluir las actividades del Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies dentro del alcance de la certificación del sistema de gestión de calidad del SEGAI por la Norma Internacional UNE-EN ISO 9001.

La documentación presentada tiene la estructura y codificación establecida por el SGC del SEGAI, por lo que no está sujeta al formato del resto de la Memoria.

El orden en que se muestra la documentación elaborada es la siguiente:

### **1. Procedimiento Operativo**

Antes de incluir toda la documentación referente a los equipos, se considera necesario conocer el funcionamiento interno del LCMP, con el fin de entender mejor el resto de la documentación elaborada. Por tanto, se muestra en primer lugar el Procedimiento Operativo del Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies y el Servicio de Análisis Térmico (PO-LCPM-SAT).

### **2. Instrucciones Técnicas**

A continuación se encuentran las Instrucciones Técnicas y sus respectivos registros, que se detallan a continuación:

- **Instrucción técnica “Manejo del porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520” (IT-LCPM-04).**
  - i. Anexo 1. Protocolo de uso del Porosímetro de Mercurio.
  - ii. Registro “Uso del Porosímetro de Mercurio” (R.01/IT-LCPM-04).
  - iii. Registro “Calibración del penetrómetro” (R.02/IT-LCPM-04).
  - iv. Registro “Formación del técnico/becario para uso del Porosímetro de Mercurio” (R.03/IT-LCPM-04).

- **Instrucción técnica “Manejo del picnómetro de helio Accupyc 1330” (IT-LCPM-05).**
  - i. Anexo 1. Protocolo de uso del Picnómetro de Helio.
  - ii. Registro “Resultados de medida del Picnómetro de Helio” (R.01/IT-LCPM-05).
  - iii. Registro “Uso del Picnómetro de Helio” (R.02/IT-LCPM-05).
  - iv. Registro “Calibración/Verificación del Picnómetro de Helio” (R.03/IT-LCPM-05)
  - v. Registro “Formación del técnico/becario para uso del Picnómetro de Helio” (R.04/IT-LCPM-05).
- **Instrucción técnica “Manejo del microdurómetro Fischerscope H100C XYp” (IT-LCPM-09).**
  - i. Anexo 1. Protocolo de uso del Microdurómetro.
  - ii. Registro “Uso del Microdurómetro” (R.01/IT-LCPM-09).
- **Instrucción técnica “Manejo del reómetro CVO-100” (IT-LCPM-10).**
  - i. Anexo 1. Protocolo de uso del Reómetro.
  - ii. Registro “Uso del Reómetro” (R.01/IT-LCPM-10).
- **Instrucción técnica “Manejo del analizador de partículas Zetasizer Nano ZS” (IT-LCPM-11).**
  - i. Anexo 1. Protocolo de uso del Zetasizer.
  - ii. Registro “Uso del Zetasizer” (R.01/IT-LCPM-11).

### **3. Ficha técnica e historial de cada equipo**

- Ficha técnica e historial de cada equipo (R.02/PG-06), que incluye listado inventariado de material y accesorios (Anexo I).

### **4. Etiqueta de identificación**

Se verificaron las etiquetas de identificación ya disponibles y se realizaron las que faltaban para cada uno de los equipos, así como de los equipos auxiliares y material/accesorios correspondientes a cada equipo.



## **5. Lista de documentos en vigor**

Además, se muestra toda la documentación externa asociada a cada uno de los equipos en la denominada Lista de documentos en vigor (R.01/PG-01). Todos estos documentos que aparecen en esa lista (manuales, guías, etc.) tienen asociada la Etiqueta para la documentación externa del Servicio (ANEXO.2/PG-01) que deberá ir pegada en la parte externa del documento correspondiente.

## **6. Plan de mantenimiento preventivo**

En este documento se especifica el Plan de mantenimiento preventivo (R.02/PG-04) que requieren los equipos.

## **7. Plan de calibración/verificación de equipos**

Para finalizar, se proporciona el Plan de calibración/verificación de equipos (R.01/PG-06) en el que se establece la periodicidad para realizar estas operaciones en los equipos.



# PROCEDIMIENTO OPERATIVO DEL LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES Y DEL SERVICIO DE ANÁLISIS TÉRMICO

ELABORADO/REVISADO	REVISADO	APROBADO
FECHA:	FECHA:	FECHA:
Firma:	Firma:	Firma:
RESPONSABLE DEL SERVICIO	RESPONSABLE DE CALIDAD	DIRECTOR
Nombre: Enrique González Cabrera	Nombre: Antonio Santos Delgado	Nombre: José Luis Rodríguez Marrero

## MODIFICACIONES A LA EDICIÓN ANTERIOR

<p><b>MODIFICACIONES A LA EDICIÓN ANTERIOR</b></p>
--

## CONTROL DE DISTRIBUCIÓN

<p>Destinatario:</p> <p>Nº de copia controlada:</p>
--

## 1. OBJETO

Establecer las pautas operativas del Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies y del Servicio de Análisis Térmico perteneciente al Servicio General de Apoyo a la Investigación (SEGAI) de la Universidad de La Laguna, en relación a la actividad que ofrece a sus usuarios.

## 2. ALCANCE

La prestación de Servicio del Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies (LCPM) y del Servicio de Análisis Térmico (SAT) está encaminada a la caracterización de materiales en cuanto a superficie específica, adsorción de agua, porosidad, dureza y propiedades térmicas se refiere. De esta manera, puede determinarse el tamaño de partícula, el peso molecular, el potencial Z de sólidos pulverulentos y la reología de fluidos.

Se aplicará este procedimiento a la prestación de los siguientes servicios:

- Realización de ensayos para:
  - Determinar el tamaño y la distribución del tamaño de poro, así como para medidas de densidades aparente y de empaquetamiento, mediante el porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520, Micromeritics.
  - Medidas de densidades absolutas con el picnómetro de helio Accupyc 1330, Micromeritics.
  - Cálculos de la superficie específica, distribución y volumen de poros de sólidos mediante el analizador rápido de fisisorción GEMINI V.
  - Realización de isotermas de alta calidad y medidas más precisas de superficie específica, del volumen total de poro y de la distribución del tamaño de poro y microporo mediante el analizador de fisisorción ASAP 2020.
  - Caracterización del tamaño de partícula, potencial Z y determinación de peso molecular mediante el analizador de partículas Zetasizer Nano ZS, Malvern Instruments.
  - Medidas de la dureza de materiales y de recubrimientos mediante el microdurómetro Fischerscope H100C XYp.

- Medidas del índice de fluidez de un líquido mediante el reómetro CVO-100, Malvern Instruments.
- Medir los cambios de masas y las variaciones energéticas asociadas al material en estudio en función de la temperatura o del tiempo de calentamiento mediante la balanza termogravimétrica Pyris Diamond TG/DTA.
- Solicitud de visitas, prácticas docentes o prácticas de empresa.

### 3. RESPONSABILIDADES

#### RESPONSABLE DEL SERVICIO:

- Ostentar la representación del Servicio.
- Informar y asesorar al Comité de Dirección del SEGAI sobre los aspectos de funcionamiento del Servicio, y en cuanto al establecimiento de políticas concretas de actuación en el área comercial, técnica y científica.
- Administrar los recursos técnicos y humanos del Servicio para conseguir los objetivos propuestos.
- Velar por la correcta organización y funcionamiento del Servicio, mediante la supervisión y coordinación del personal y actividades.
- Supervisar la asignación de la fecha y el tiempo de uso a cada usuario solicitante de la prestación de servicio, por parte del personal asignado al Servicio.
- Implantar y mantener el sistema de gestión de calidad del SEGAI, para garantizar el funcionamiento del Servicio.
- Revisar y controlar la documentación técnica del Servicio.
- Velar por la mejora y actualización de la infraestructura científica de la que es responsable.
- Velar por el cumplimiento de la normativa de régimen interno del Servicio, del SEGAI y de la ULL.
- Velar por la transparencia del acceso de los usuarios a las prestaciones de servicio.

- Informar a los usuarios del programa de actuaciones del Servicio.
- Mantener actualizada la información del Servicio disponible en la página web del SEGAI.
- Aplicar los planes de mejora y acciones correctivas necesarios para conseguir alcanzar los objetivos para mejorar la calidad del funcionamiento del Servicio.
- Colaborar en la formación del Personal adscrito al Servicio.
- Garantizar la confidencialidad de los datos y resultados que se obtengan durante los experimentos.

#### TÉCNICO DEL SERVICIO:

- Realización de las tareas determinadas previamente por el Responsable del Servicio.
- Dar el apoyo técnico necesario en la prestación de servicio correspondiente a los usuarios internos y externos.
- Atender a los usuarios de forma correcta y educada, procurando, en todo momento satisfacer sus necesidades.
- Gestionar la recepción de la solicitud del usuario.
- Asignar la fecha y el tiempo de uso a cada usuario solicitante del Servicio, bajo la supervisión del Responsable del Servicio.
- Recibir, custodiar y mantener en las condiciones adecuadas las muestras de los usuarios que han sido depositadas en el Servicio.
- Elaborar y enviar al usuario el informe con la cantidad a facturar, de acuerdo con las tarifas vigentes, incluyendo:
  - La identificación del usuario (nombre y afiliación).
  - Datos del sistema en estudio.
  - El tiempo de uso.
  - La facturación correspondiente.
  - La referencia de los archivos de los datos.

- Hacer el mantenimiento y cuidado diario de la infraestructura científica del Servicio.
- Mantener actualizada la información del Servicio disponible en la página web del SEGAI.
- Cumplimentar los impresos correspondientes al Sistema de Gestión de Calidad.
- Archivar y conservar la documentación del Servicio.
- Permanecer en el Servicio en el horario estipulado en el contrato.
- Informar al Responsable del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Colaborar en la formación del Personal adscrito al Servicio.
- Velar por el cumplimiento de la normativa de régimen interno del Servicio, del SEGAI y de la ULL.
- Garantizar la confidencialidad de los datos y resultados que se obtengan durante los estudios realizados en el Servicio.

#### BECARIO:

- Realización de las tareas determinadas previamente por el Responsable del Servicio.
- Colaborar en todas las tareas que el Técnico del Servicio precise.
- Informar al Responsable del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Permanecer en el Servicio en el horario estipulado en la convocatoria de la beca.
- Garantizar la confidencialidad de los datos y resultados que se obtengan durante las prestaciones de servicio.

#### **4. DEFINICIONES**

FISISORCIÓN: Proceso de adsorción en el cual las moléculas de gas se mantienen unidas a la superficie del sólido mediante fuerzas débiles y la especie adsorbida (fisisorbida) mantiene su naturaleza química.

**POTENCIAL Z:** Medida de la magnitud de la repulsión o atracción entre las partículas de un sólido pulverulento que proporciona una idea detallada de los mecanismos de dispersión. Es la clave del control de dispersión electrostático.

**REÓMETRO:** Equipo de laboratorio que mide la forma en que fluyen un líquido, mezcla o suspensión bajo la acción de fuerzas externas. Se emplea para fluidos que no pueden definirse con un único valor de viscosidad y requieren más parámetros de los que puede proporcionar un viscosímetro.

**REOLOGÍA DE FLUIDOS:** Describe la consistencia de diferentes fluidos, normalmente mediante dos componentes, la viscosidad y la elasticidad. Estudia el comportamiento de los fluidos sometidos a diferentes tipos de esfuerzos.

**TG:** Análisis Termogravimétrico (*Thermogravimetric Analysis*).

**DTA:** Análisis Térmico Diferencial (*Differential Thermal Analysis*).

## 5. DIAGRAMA DE FLUJO

El Anexo 1 incluye el diagrama de flujo correspondiente a las prestaciones de servicio llevadas a cabo en el Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies y en el Servicio de Análisis Térmico.

## 6. DESARROLLO

### 6.1 SOLICITUD DE PRESTACIÓN DE SERVICIO

Cualquier investigador de la ULL (*usuario interno*), o miembro de la comunidad científica, así como entidades públicas o privadas (*usuarios externos*) podrán solicitar los servicios que ofrece el LCMP y el SAT. Para ello deberán ser usuarios registrados en el Sistema Integrado de Gestión del Servicio General de Apoyo a la Investigación (SEGAi) de la Universidad de La Laguna. Para darse de alta como usuarios del SEGAi deberán realizar los pasos descritos en la página web del SEGAi (<http://www.segai.ull.es>).



Las solicitudes de prestación de servicio al LCMP y/o al SAT se realizarán telemáticamente a través de la web del SEGAI (<http://www.segai.ull.es>), en la zona dedicada al **Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies** y al **Servicio de Análisis Térmico**.

Las solicitudes de prestaciones de servicios, de acuerdo con la oferta del LCMP y SAT, se muestran a continuación:

### 6.1.1 Solicitud de análisis de muestras en los diferentes equipos del servicio

- (a) *Solicitud de análisis de muestras en el porosímetro de mercurio.*
- (b) *Solicitud de análisis de muestras en el picnómetro de helio.*
- (c) *Solicitud de análisis de muestras en el analizador de fisisorción GEMINI V o ASAP 2020.*
- (d) *Solicitud de análisis de muestras en el analizador de tamaño de partículas Malvern Mastersizer 2000.*
- (e) *Solicitud de análisis de muestras en el microdurómetro Fischerscope.*
- (f) *Solicitud de análisis de muestras en el reómetro.*
- (g) *Solicitud de análisis de muestras en el analizador de partículas Zetasizer Nano ZS.*
- (h) *Solicitud de análisis de muestras en el Pyris Diamond TG/DTA.*

En todas las solicitudes del punto 6.1.1 se indicará el número de muestras a analizar con sus códigos de referencia, de manera que permitan su correcta identificación, especificando su composición y el estado físico, si se conocen, y aquellas precauciones necesarias para su manipulación (estabilidad física y química, toxicidad, etc.).

En las solicitudes 6.1.1 (h) se indicará la temperatura final, el punto de fusión (si se conoce) y se seleccionará dentro de las opciones propuestas la velocidad de calentamiento, el gas portador y el tipo de crisol a utilizar.

En las solicitudes 6.1.1 (a), (b), (c) y (d) se indicarán las condiciones de pretratamiento de la muestra (vacío o calor) y la temperatura máxima.

### 6.1.2 Solicitud de prácticas docentes o de prácticas de empresa

En el caso de las prácticas docentes, el personal del Servicio ofrecerá su asistencia técnica al profesorado de la ULL para el desarrollo de las prácticas de asignaturas de grado o máster, realizando las prestaciones que hayan sido solicitadas.

Estas prácticas serán dirigidas por el profesor responsable de la asignatura y, debido a las dimensiones del laboratorio, tendrán un aforo máximo de 8 alumnos por grupo.

La correspondiente solicitud incluirá las fechas y horarios previstos, el número de alumnos, el nombre de la asignatura, el curso y la titulación. Además, se indicará el nombre del profesor y el departamento responsable de la docencia.

El trámite de la solicitud se tiene que realizar con una antelación mínima de 15 días.

La realización de prácticas docentes está sujeta a las tarifas vigentes para los análisis realizados por el LCPM-SAT, para usuario tipo ULL.

Los alumnos de grado o máster podrán realizar en el LCPM-SAT las prácticas de empresa curriculares previa firma de un convenio específico.

### 6.1.3 Solicitud de visitas

Cualquier miembro de la ULL o externo puede solicitar realizar una visita al LCPM-SAT y, durante la misma, el personal del Servicio les presentará el equipamiento disponible y sus aplicaciones, así como las diferentes técnicas de preparación de muestras. Además, se podrán realizar demostraciones si se solicitan.

El visitante interesado cumplimentará la "Solicitud de visitas" (R.06/PG-07), disponible en el apartado de "Formularios" de la página web del SEGAI (<http://www.segai.ull.es/formularios>), y la enviará al Servicio por correo electrónico con una antelación mínima de 15 días para su aprobación.

La visita deberá ser aprobada por el Director, previo informe favorable del Responsable del Servicio. La resolución se le notificará por correo electrónico al solicitante, mediante el envío del registro R.06/PG-07.

## 6.2 CONFIRMACIÓN DE LA SOLICITUD DE PRESTACIÓN DE SERVICIO

La administración y gestión de las solicitudes de prestación de servicios de los usuarios es realizada por el Responsable Científico, el Técnico y/o Becario pertenecientes al LCPM-SAT, a través de la aplicación informática del SEGAI. En el caso de existir alguna diferencia entre la solicitud realizada y la oferta del servicio o existir algún error en la selección de las variables a medir, se contactará con el usuario para informarle y, si es necesario, realizar una nueva solicitud conforme a los términos acordados.

Una vez entregadas las muestras en el LCPM-SAT, el personal del Servicio confirmará la recepción de la solicitud de prestación de servicio.

En el caso de las solicitudes de visitas de prácticas docentes o prácticas de empresa, el personal del Servicio le comunicará al usuario por correo electrónico la fecha y horarios asignados.

Las fechas y horas de observación asignadas podrán ser modificadas por necesidades del Servicio (operaciones de mantenimiento de equipos y/o averías).

## 6.3 RECEPCIÓN DE MUESTRAS EN EL SERVICIO

Las muestras deberán entregarse en las dependencias del LCPM-SAT en un recipiente herméticamente cerrado y correctamente etiquetado, con el código de la muestra perfectamente visible, independientemente del tipo de prestación de servicio a realizar.

En cualquier caso, **los usuarios deberán advertir de la toxicidad o peligrosidad del material enviado al Servicio** con el fin de tomar las medidas de seguridad pertinentes.

En el momento de la entrega de la muestra, el usuario cumplimentará los siguientes datos en el registro de "Entrada y salida de muestras del LCPM-SAT", R.01/PO-LCPM-SAT: número de solicitud SEGAI (ID), número de muestras, códigos de muestras, teléfono de contacto, fecha y firma de entrega por parte del usuario.

En el caso de usuarios externos, las muestras pueden ser enviadas por correo en las condiciones que las muestras requieran. En este caso, el personal del Servicio rellenará la información requerida en el correspondiente registro de entrada y salida. El personal del

Servicio no se hace responsable del estado en que lleguen las muestras recibidas por correo.

El horario de entrega y recogida de muestras será el mismo que de apertura del LCPM-SAT (de lunes a viernes de 9:00 a 15:00 horas).

## 6.4 PRESTACIÓN DEL SERVICIO

La infraestructura necesaria para la preparación de las muestras y los equipos de análisis serán utilizados de forma general por el personal del Servicio. Algunos equipos podrán ser utilizados por personal cualificado para este fin, siempre bajo supervisión del personal del Servicio (analizador partículas Zetasizer Nano, analizador de tamaño de partícula Mastersizer, picnómetro de helio y reómetro). Queda prohibida su manipulación por toda persona no cualificada.

Atendiendo al tipo de solicitud se procederá de la siguiente manera:

### 6.4.1 Preparación de muestras

La preparación de muestras previo al análisis de la mismas se realizará siguiendo las instrucciones descritas en el documento "Preparación de muestras" para los servicios que lo requieran.

- (a)** *Preparación de muestras por porosimetría de mercurio y por picnometría de helio (IT-LCPM-01)*
- (b)** *Preparación de muestras para análisis por fisisorción con el equipo GEMINI V (IT-LCPM-02)*
- (c)** *Preparación de muestras para análisis por fisisorción con el equipo ASAP 2020 (IT-LCPM-03)*

### 6.4.2 Análisis de muestras en el porosímetro de mercurio

El análisis de las muestras en el porosímetro de mercurio se realizará siguiendo las instrucciones descritas en el documento "Manejo del porosímetro de Mercurio AutoPore IV 9520" (IT-LCPM-04).

#### **6.4.3 Análisis de muestras en el picnómetro de helio**

El análisis de las muestras en el picnómetro de helio se realizará siguiendo las instrucciones descritas en el documento “Manejo del picnómetro de Helio Accupyc 1330” (IT-LCPM-05).

#### **6.4.4 Análisis de muestras en el GEMINI V**

El análisis de las muestras en el analizador rápido de fisiorción se realizará siguiendo las instrucciones descritas en el documento “Manejo del analizador rápido de fisiorción GEMINI V” (IT-LCPM-06).

#### **6.4.5 Análisis de muestras en el ASAP 2020**

El análisis de las muestras en el analizador de fisiorción se realizará siguiendo las instrucciones descritas en el documento “Manejo del analizador de fisiorción ASAP 2020” (IT-LCPM-07).

#### **6.4.6 Análisis de muestras en el analizador de tamaño de partícula**

El análisis de las muestras en el analizador de tamaño de partículas, se realizará siguiendo las instrucciones descritas en el documento “Manejo del analizador de tamaño de partícula Malvern Mastersizer 2000” (IT-LCPM-08).

#### **6.4.7 Análisis de muestras en el microdurómetro Fischerscope**

El análisis de las muestras en el microdurómetro Fischerscope se realizará siguiendo las instrucciones descritas en el documento “Manejo del microdurómetro Fischerscope H100C XYp” (IT-LCPM-09).

#### **6.4.8 Análisis de muestras en el reómetro**

El análisis de las muestras en el reómetro se realizará siguiendo las instrucciones descritas en el documento “Manejo del reómetro CVO-100” (IT-LCPM-10).

#### 6.4.9 Análisis de muestras en el analizador de partículas

El análisis de las muestras en el analizador de partículas Zetasizer Nano ZS para la caracterización del tamaño de partículas, potencial zeta y determinación del peso molecular se realizará siguiendo las instrucciones descritas en el documento “Manejo del analizador de partículas Zetasizer Nano ZS” (IT-LCPM-11).

#### 6.4.10 Análisis de muestras en la balanza termogravimétrica

El análisis térmico de las muestras en la balanza termogravimétrica se realizará siguiendo las instrucciones descritas en el documento “Manejo de la balanza termogravimétrica Pyris Diamond TG/DTA” (IT-SAT-01).

**Nota:** Si el personal del Servicio detecta alguna anomalía en los equipos, instalaciones, etc., se le comunica al Responsable del Servicio y a los usuarios en los casos que sean oportunos, quedando registrada dicha incidencia en el “Libro de incidencias” y en la “Ficha técnica e Historial de equipo” correspondiente (R.02/PG-06).

#### 6.4.11 Realización de visitas, prácticas docentes o prácticas de empresa

Debido a las dimensiones del Servicio, los visitantes accederán a las instalaciones en grupos de 10 personas. El personal del Servicio les presentará las características del equipamiento disponible y sus aplicaciones, así como las diferentes técnicas de preparación de muestras en los servicios que lo requieran. Se realizarán aquellas demostraciones que hubiesen sido solicitadas.

En el caso de las prácticas docentes, el personal del Servicio ofrecerá su asistencia técnica al profesorado de la ULL.

El personal del Servicio colaborará en la formación de los alumnos de la ULL (grado o máster) que realicen prácticas en el marco del correspondiente convenio específico.

### 6.5 ENTREGA DEL INFORME DE LA PRESTACIÓN DE SERVICIO

Una vez realizada la prestación, el personal del Servicio elaborará y enviará a través del Sistema de Gestión Integrado del SEGAI (<http://www.segai.ull.es>), un informe que contendrá como mínimo los siguientes campos:

- Número de identificación de la solicitud (ID) y fecha de creación
- Número de unidades y concepto
- Precio por unidad según las tarifas en vigor
- Importe total sin IGIC

Los datos y gráficos obtenidos se adjuntarán en un correo electrónico que será enviado al usuario al mismo tiempo que se envía el informe anterior.

El personal del Servicio se compromete a respetar la confidencialidad de los datos y resultados del usuario. Estos datos quedarán almacenados en el Servicio durante un periodo de 3 años.

## **6.6 CONFORMIDAD DEL USUARIO CON LA PRESTACIÓN DE SERVICIO REALIZADA**

Cuando el usuario reciba el informe anterior y los resultados de los análisis, deberá manifestar a través de la aplicación informática, su conformidad con la prestación recibida y la tarifa aplicada dentro de los quince días naturales siguientes.

En el caso de que el usuario no esté conforme con el informe enviado, deberá contactar con el personal del Servicio y presentar su queja o reclamación. Si fuese necesario, se volverá a repetir la prestación solicitada sin coste para el usuario.

Si tras la emisión del informe pasan los quince días sin que el usuario haya dado su conformidad con la prestación de servicio realizada y sin contactar con el personal del Servicio para presentar una queja o la reclamación correspondiente, se considerará que no existen motivos de no conformidad y la prestación de servicio será confirmada automáticamente por la aplicación informática.

En cualquier caso y en cualquier momento, el usuario tiene el derecho de presentar una reclamación al Responsable de Calidad cumplimentando la “Hoja de Reclamación” (R.03/PG-08), de acuerdo con el Procedimiento General PG-08 “Análisis de la satisfacción del usuario y gestión de reclamaciones”. Por su parte, el personal del Servicio tendrá que seguir el Procedimiento General PG-09 “Gestión de no conformidades, acciones correctivas y preventivas” para solucionar dicha anomalía en los resultados obtenidos.

Una vez que el usuario ha notificado, a través de la aplicación informática, su conformidad con el servicio recibido, automáticamente se genera la “Factura” R.07/PG-07 o R.08/PG-07 correspondiente, según se trate de un usuario titular externo o interno.

A partir de este momento, el usuario puede retirar el excedente de muestras analizadas dejando constancia en el registro “Entrada y salida de muestras del LCPM-SAT”, R.01/PO-LCPM-SAT. El periodo máximo de almacenamiento de muestras después de ser observadas/analizadas no será superior a un año. Pasado este tiempo, si el usuario no las retira, serán desechadas y el LCPM y el SAT no se harán responsables de las mismas.

## 6.7 CUALIFICACIÓN DE USUARIOS

Los usuarios que quieran adquirir la categoría de usuarios cualificados en el manejo del analizador partículas Zetasizer Nano, analizador de tamaño de partícula Mastersizer, picnómetro de helio y reómetro, deberán seguir un proceso de formación básica y superar una evaluación a cargo del Responsable del Servicio, el cual quedará registrado en la “Ficha de cualificación del usuario” (R.05/PG-07). Este proceso de formación también es aplicable al personal del Servicio de nueva incorporación que no tenga las correspondientes cualificaciones.

El proceso formativo estará tutorizado por el Responsable del Servicio. La formación la podrá impartir él o un usuario cualificado. Consistirá en las siguientes etapas:

1. Curso presencial donde se abordarán los principios y aplicaciones de la técnica.
2. Adiestramiento en el uso de los equipos anteriormente citados, sus accesorios y software de control. El periodo de adiestramiento finalizará tras la realización de 10 análisis por modo de operación.
3. Finalmente se realizará una prueba teórico-práctica en la que se deberá realizar de forma totalmente autónoma el análisis de una muestra utilizando el/los equipos para los que se quiere cualificar al usuario.

Según los resultados obtenidos, el Responsable del Servicio asignará al usuario la calificación de APTO o NO APTO en su “Ficha de cualificación del usuario” (R.05/PG-07).

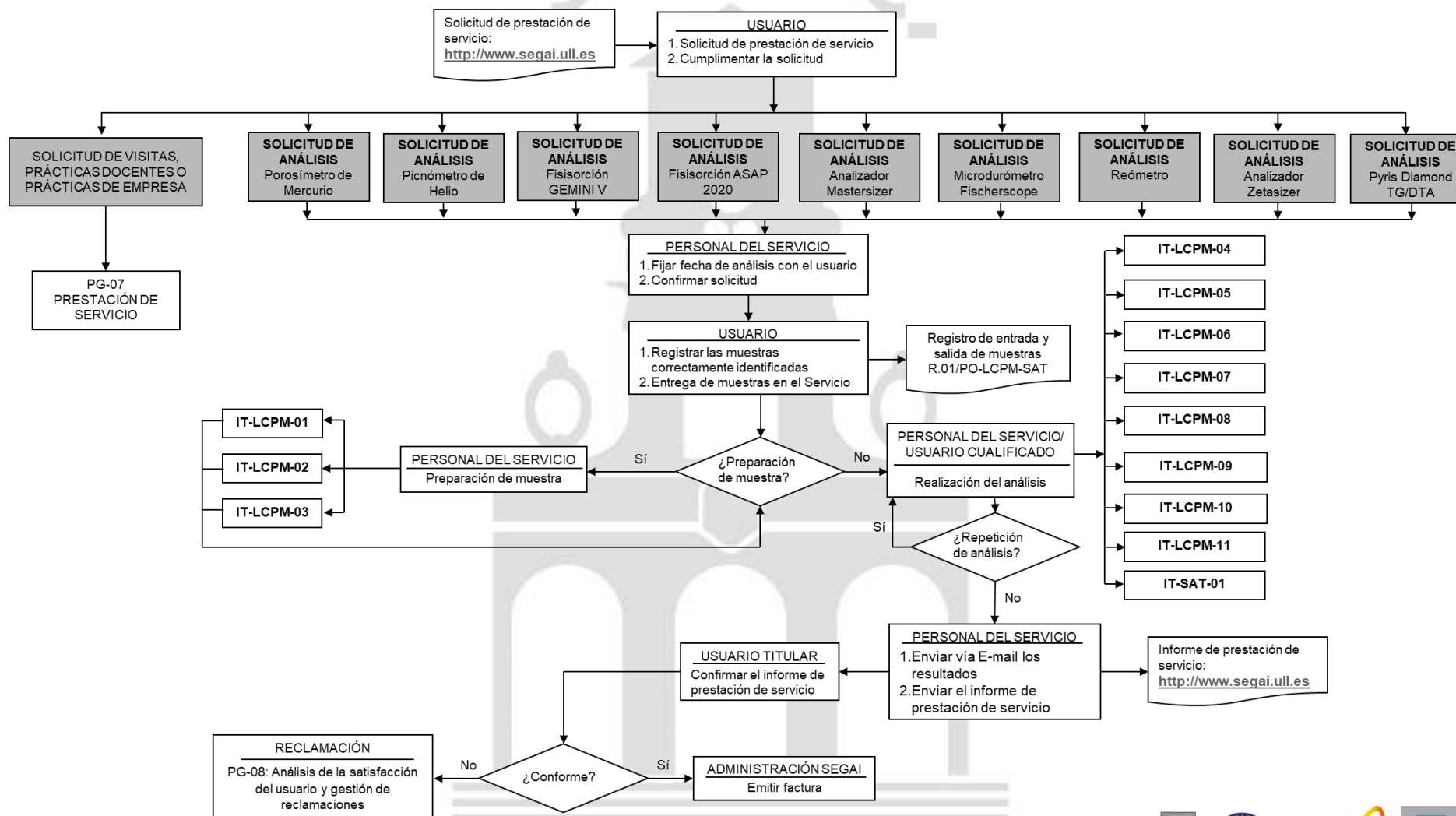
En el caso de aquellos usuarios que acrediten tener experiencia previa superior a un año en el uso de equipos, no será necesaria la realización de las etapas 1 y 2.



## 7. REGISTROS/ ANEXOS

Registro/Anexo	Código	Responsable archivo	Soporte	Tiempo conservación
Diagrama de flujo	Anexo 1	-	-	-
Solicitud de prestación de servicio	-	Sistema de Gestión Integrado	Digital	3 años
Entrada y salida de muestras del LCPM-SAT	R.01/PO-LCPM-SAT	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años

ANEXO 1: DIAGRAMA DE FLUJO



**LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES Y SERVICIO DE ANÁLISIS TÉRMICO**

PROCEDIMIENTO OPERATIVO

PO-LCPM-SAT

Rev.: 02

Página 1 de 1

**ENTRADA Y SALIDA DE MUESTRAS DEL LCPM Y DEL SAT**

<b>Referencia</b>	R.01/PO-LCPM-SAT
<b>Rev.</b>	01

ID	Nº muestras	Códigos de muestras	Teléfono de contacto/ Email	Fecha de entrega	Firma (entrega)	Fecha de recogida	Firma (recogida)

# MANEJO DEL POROSÍMETRO DE MERCURIO AUTOPORE IV 9520

ELABORADO/REVISADO	REVISADO	APROBADO
FECHA:	FECHA:	FECHA:
Firma:	Firma:	Firma:
RESPONSABLE DEL SERVICIO Nombre: Enrique González Cabrera	RESPONSABLE DE CALIDAD Nombre: Antonio Santos Delgado	DIRECTOR Nombre: José Luis Rodríguez Marrero

## MODIFICACIONES A LA EDICIÓN ANTERIOR

--

## CONTROL DE DISTRIBUCIÓN

Destinatario:
Nº de copia controlada:

## 1. OBJETO

Establecer el procedimiento para la preparación de muestras previo a la realización de ensayos y procedimiento para la utilización del porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 en el análisis de muestras.

## 2. ALCANCE

Este procedimiento debe realizarse cuando se reciban muestras para su análisis por porosimetría de mercurio con el equipo AutoPore IV 9520 Micromeritics (Nº de serie 426).

## 3. RESPONSABILIDADES

La utilización del porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 está restringida al personal del Servicio que posea la correspondiente cualificación y que esté recogida en el “Registro de cualificación” (R.03/PG-05). En caso contrario el técnico/becario del Servicio debe recibir un curso de formación para la utilización correcta del equipo, impartido por el Responsable del Servicio, con los contenidos especificados en el Registro “Formación del técnico/becario para uso del Porosímetro de Mercurio” (R.03/IT-LCPM-04).

El seguimiento e implantación de esta instrucción técnica será responsabilidad del Responsable / Técnico / Becario del Servicio:

### RESPONSABLE DEL SERVICIO

Supervisará y comprobará la correcta preparación y medida realizada por el técnico y/o becario del Servicio.

### TÉCNICO DEL SERVICIO

- Recibir, custodiar y mantener en las condiciones adecuadas las muestras de los usuarios que han sido depositadas en el Servicio.
- Ejecutar el procedimiento de preparación y análisis de muestras por porosimetría de mercurio.

MANEJO DEL POROSÍMETRO DE MERCURIO AUTOPORE IV 9520

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-04

Rev.: 01

Página 3 de 36

- Conocer el correcto funcionamiento del equipo en la realización de ensayos por porosimetría de mercurio.
- Conocer y utilizar correctamente el software del equipo para el tratamiento de los resultados obtenidos.
- Limpieza del material de laboratorio.
- Realizar las tareas de mantenimiento necesarias para el buen funcionamiento del equipo descritas en el Registro “Plan de mantenimiento preventivo” (R.02/PG-04).
- Mantener al menos la cantidad mínima requerida de material en el laboratorio para efectuar los análisis y actualizado el listado de inventario del Anexo I: Material y accesorios, incluido en el Registro “Ficha técnica e historial de equipo” (R.02/PG-06).
- Solicitar la compra de materiales cuando sea necesario siguiendo el Procedimiento General “Gestión de compras” (PG-02).
- Realizar las tareas de calibración de los penetrómetros cuando se usen por primera vez y la verificación del equipo con un análisis del material de referencia periódicamente y anotarlos en sus respectivos registros:
  - Registro “Calibración del penetrómetro” (R.02/IT-LCPM-04)
  - Registro “Ficha técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06).
- Cumplir con las normas de seguridad establecidas en el Servicio.
- Utilizar los equipos de protección de seguridad necesarios.
- Vigilar el equipo durante la realización de este procedimiento. No dejar descuidado el equipo o al menos sin las medidas de seguridad adecuadas.
- Impedir que otras personas manipulen y realicen ensayos con el equipo.

- Informar al Responsable del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Garantizar la confidencialidad de los datos y resultados que se obtengan durante los estudios realizados en el Servicio.

### BECARIO

- Ejecutar el procedimiento de preparación y análisis de muestras por porosimetría de mercurio, cuando el Técnico del Servicio se lo indique.
- Colaborar en todas las tareas que el Técnico del Servicio le indique.
- Conocer el correcto funcionamiento del porosímetro de mercurio.
- Informar al Técnico del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Asumir las responsabilidades del Técnico del Servicio en ausencia del mismo.

## 4. DEFINICIONES

POROSIMETRÍA DE MERCURIO: la porosimetría de mercurio o intrusión de mercurio (MIP, *Mercury Intrusion Porosimetry*) es una técnica utilizada en la caracterización de la porosidad en materiales sólidos aplicando varios niveles de presión sobre una muestra inmersa en mercurio. La presión requerida para forzar la entrada de mercurio en el entramado poroso del material es inversamente proporcional a la apertura de los poros. Los datos que proporciona (volumen de mercurio intruído en función de la presión aplicada) es indicativo de diversas características del espacio poroso y puede correlacionarse con diferentes propiedades físicas de la muestra, tales como la distribución de tamaño de poro, volumen total de poro, área superficial total de poro, diámetro medio de poro y densidades de muestra (aparente y esquelética).

Los poros según su tamaño, se clasifican de acuerdo con la IUPAC (Unión Internacional de Química Pura y Aplicada), en Tabla 1:

Tabla 1. Clasificación de tamaño de poros, adoptado por la IUAP.

Tamaño de poro	Radio	Diámetro
Macroporos	$R > 25 \text{ nm}$	$D > 50 \text{ nm}$
Mesoporos	$25 > R > 1 \text{ nm}$	$50 > D > 2 \text{ nm}$
Microporos	$R < 1 \text{ nm}$	$D < 2 \text{ nm}$

## 5. DIAGRAMA DE FLUJO

No aplica.

## 6. DESARROLLO

La técnica de porosimetría de mercurio se basa en la intrusión de mercurio en el interior de una estructura porosa bajo presión controlada. Dado que el mercurio se comporta como un líquido no humectante (“no moja” el sólido) con la mayoría de las sustancias (suelos, rocas, materiales de construcción como el cemento, etc.) debido a que el ángulo de contacto del mercurio con estos materiales es mayor de  $90^\circ$  y por tanto, no penetra espontáneamente en los poros por capilaridad, es necesario aplicar una presión exterior para forzarlo a introducirse en el interior de los poros de la muestra de análisis.

La presión necesaria para lograr que el mercurio se introduzca en los poros de la muestra es inversamente proporcional al tamaño de los mismos. La intrusión de mercurio en los macroporos ( $D > 50 \text{ nm}$ ) no requiere una elevada presión, mientras que se requieren altas presiones para forzar al mercurio a introducirse en los microporos, ( $D < 2 \text{ nm}$ ). Por ello, el análisis consiste en dos medidas secuenciales: análisis en baja presión y análisis en alta presión, hasta alcanzar la máxima presión proporcionada por el equipo y su consiguiente despresurización.

La relación entre la presión ejercida y el tamaño de poros, viene dada por la ecuación de Washburn (1921). Suponiendo que la geometría del poro es cilíndrica (Ec. 1):

$$D = \frac{-4 \cdot \gamma \cdot \cos\theta}{P} \quad [\text{Ec. 1}]$$



donde:

P: presión necesaria para que el mercurio penetre en un poro, [Pa].

D: diámetro de poro que se llena con mercurio, [m].

$\gamma$ : tensión superficial del mercurio ( $\gamma_{\text{Hg}} = 0,484 \text{ N/m}$  a  $25^\circ\text{C}$ ).

$\theta$ : ángulo de contacto entre el mercurio y la superficie del poro ( $130^\circ$  el valor más comúnmente empleado salvo especificación en contra).

Para llevar a cabo el ensayo, la muestra es introducida en un penetrómetro donde es automáticamente colmatada por mercurio inyectado a presión (Figura 1).

El continuo incremento de presiones a lo largo del ensayo permite alcanzar radios de poros cada vez menores. El equipo permite realizar dos etapas consecutivas en la aplicación de la presión. La etapa de baja presión, aplica mediante presión de gas y tras someter al vacío la muestra, el rango de presiones de 0 kPa (vacío) - 50 psia (345 kPa). Esta primera etapa del ensayo tiene como objetivo caracterizar la "macroporosidad" o poros de mayor tamaño en la muestra.

Tras su aplicación, el penetrómetro junto con la muestra analizada se pesa para determinar la cantidad de mercurio que ha penetrado, mediante diferencia de masas.

Por último, se sitúa en el puerto de alta presión donde el equipo utiliza aceite como fluido para aplicar la presión sobre el mercurio hasta alcanzar 414 MPa. Particularmente, esta etapa requiere de la eliminación previa de burbujas de aire existentes en el aceite.

En la etapa de baja presión, el equipo utiliza nitrógeno seco (aire seco) como fluido para aplicar la presión sobre el mercurio y valores de presión en un rango entre 0,0025 y 0,2 MPa. En la etapa de alta presión, el equipo utiliza aceite y se aplican valores de presión en un rango entre 0,2 y 220 MPa y su consiguiente despresurización.

El porosímetro mide el volumen total de mercurio inyectado en los poros de la muestra y la presión aplicada para lograrlo. Así, cuando se aumenta la presión se calcula el tamaño del poro para cada incremento de presión, al mismo tiempo que se mide el volumen de mercurio

necesario para llenar estos poros. La presión aplicada al mercurio en cada incremento informa del tamaño de los poros y el volumen total de mercurio inyectado informa sobre el índice de poros en la muestra.

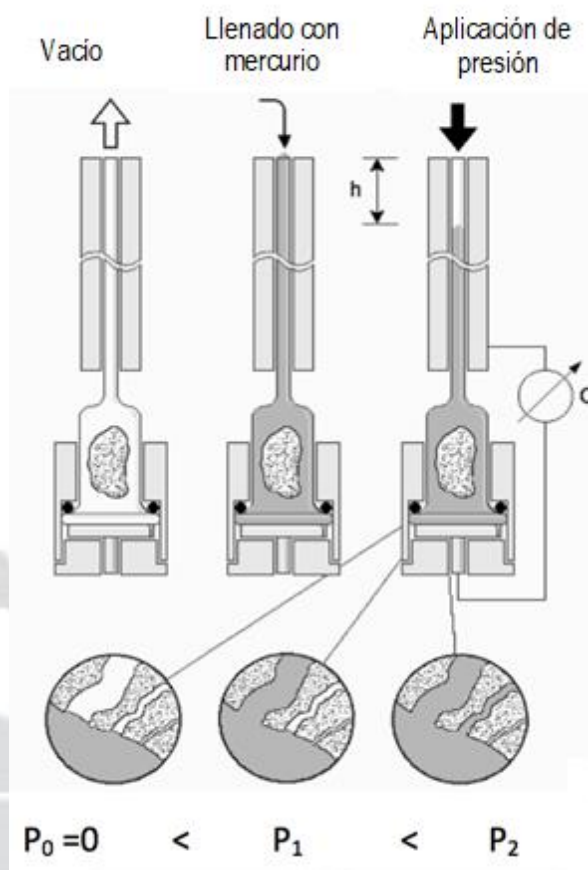


Figura 1. Esquema de medición del ensayo de porosimetría de mercurio, Micromeritics.

Los portamuestras de vidrio (penetrómetros) disponen de un capilar recubierto, conductor, que permite registrar el volumen de mercurio en él a través de su capacitancia, así como su variación en los sucesivos incrementos de presión.

### (a) Parámetros determinados mediante porosimetría de mercurio

Los parámetros obtenidos mediante porosimetría de mercurio de carácter general, relativos a la muestra y que aparecen en el informe de análisis, son los siguientes:

Volumen total de intrusión (mL/g): es el volumen total de mercurio introducido en la muestra durante el ensayo. Este parámetro por sí sólo, da una idea de la porosidad del material. Es equivalente al volumen de poros específico, o volumen total de poros por gramo de muestra (mL/g), y se corresponde con el máximo volumen de mercurio que penetra en la muestra como respuesta a la aplicación de la máxima presión del ensayo.

Área total de poros: la técnica de la porosimetría de mercurio se basa en el modelo de Washburn, que supone que la geometría de los poros es cilíndrica. Partiendo de esta premisa, es posible calcular el área de los poros (A) correspondiente a cada incremento de volumen de poros mediante la ecuación 2:

$$A = \frac{4V}{D} \quad [Ec. 2]$$

donde:

D: diámetro de poro correspondiente a la presión aplicada

V: volumen de poros deducido del volumen de Hg introducido a dicha presión.

Diámetro medio de poro (en función del volumen o del área): es el diámetro de poro ( $\mu\text{m}$ ) que corresponde al valor medio del volumen específico de intrusión o al valor medio del área total de poros.

Valor medio de diámetro de poros: se calcula a partir del volumen total introducido (V) y del área total de poros (A) como (Ec.3):

$$\text{Diámetro medio de poro} = \frac{4 \cdot \text{Volumen total de poros}}{\text{Área total de poros}} \quad [Ec. 3]$$

Densidad aparente ( $\rho_{ap}$ ) del fragmento de muestra a una presión determinada, 0.38 psia (0.00262 MPa). Corresponde a la "Bulk density" y generalmente se calcula al inicio del análisis, el equipo reduce la presión del sistema hasta 0,00262 MPa e introduce mercurio en el portamuestras junto con la muestra. La unidad de densidad en el S.I. es  $\text{kg/m}^3$ .

Dado que el mercurio es un fluido no humectante, no penetrará en la muestra a esta presión y se limita a rodear la muestra envolviéndola. Entonces es posible determinar el volumen del

fragmento introducido a partir del volumen del portamuestras vacío (y calibrado) y el volumen de mercurio que ha penetrado.

Densidad del esqueleto o esquelética, también denominada “peso específico aparente”, es la densidad de la parte sólida de la muestra, sin vacíos. Se calcula a la presión máxima del ensayo, a la cual se supone que los poros han sido llenados en su “totalidad” con mercurio. La unidad de densidad en el S.I. es  $\text{kg/m}^3$ .

Porosidad (E%) que se define como la relación entre el volumen total de poros ( $V_{\text{poros}}$ ) y el volumen total de la muestra ( $V_c$ ), incluyendo todos los poros (Ec.4).

$$E\% = \frac{V_{\text{poros}}}{V_c} \cdot 100 \quad [\text{Ec. 4}]$$

Porcentaje de capilar usado del penetrómetro: al principio del ensayo, este capilar se llena de Hg y a medida que va transcurriendo el análisis, el mercurio abandona este capilar empujado por la presión aplicada y penetra en los poros de la muestra. La variación de volumen de Hg en el interior del capilar provoca una variación de capacitancia del sistema. El porcentaje debe estar entre 25-90%.

## (b) Parámetros relativos a la descripción de la estructura porosa

Presión umbral (PU): presión a la cual el mercurio comienza a atravesar el medio poroso de la muestra.

Longitud característica (LPU): es el diámetro de poro correspondiente a la presión umbral.

Otros parámetros relativos a la estructura porosa deducidos durante el ensayo de porosimetría de mercurio son el factor de tortuosidad y la tortuosidad.

## 6.1 EQUIPOS Y MATERIALES

Todo el material y el equipo utilizado se encuentran descritos en el manual del equipo, situado en el armario LCPM-04.

- DE.LCPM.15 Manual de operación del AutoPore IV 9500 versión 1.06

El manual de este equipo se encuentra en versión digital con el título:

- *AutoPore IV 9500 Operator's Manual versión 1.09.*

Además, el material y accesorios necesarios para realizar el procedimiento de análisis estarán inventariados y actualizados en el Anexo 1 "Material y accesorios" incluido en el Registro "Ficha técnica e Historial de equipo" (R.02/PG-06).

### 6.1.1 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

- **Porosímetro de mercurio**

El porosímetro de mercurio disponible en el LCPM es el modelo AutoPore IV 9520 del fabricante Micromeritics. Este modelo cuenta con cuatro puertos de baja presión situados en la parte superior del equipo y con dos puertos de alta presión situados en la parte baja del equipo (Figura 2) y las especificaciones del equipo se detallan en la Tabla.2.

**Tabla 2. Especificaciones del porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520.**

Características	Especificaciones
<b><i>Puertos de baja presión</i></b>	
Medida	0 KPa (vacío) - 50 psia (345 kPa)
Resolución	0,01 psia (69 Pa)
Diámetro de poro	360 – 3,6 $\mu\text{m}$
<b><i>Puertos de alta presión</i></b>	
Medida	Presión atmosférica – 60.000 psia (414 MPa)
Resolución	0,1 psia (689 Pa) de 0 a 21 MPa (3.000 psia)
Diámetro de poro	6 – 0,003 $\mu\text{m}$
<b><i>Intrusión</i></b>	
Resolución	> 0,1 $\mu\text{L}$
Exactitud	$\pm$ 1% del máx. volumen del penetrómetro



Figura 2. Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520, Micromeritics.

- **Portamuestras o penetrómetros**

Los penetrómetros son recipientes portamuestras de vidrio (Figura 3), con un extremo en forma de pocillo, donde se introduce la muestra y otro extremo en forma de capilar recubierto de una pintura metálica conductora. A través de este tubo capilar la muestra es sometida a un proceso previo de evacuación, para eliminar los fluidos existentes en sus poros y posteriormente, como respuesta a un aumento escalonado de la presión, el mercurio entra en la muestra a través de este capilar.

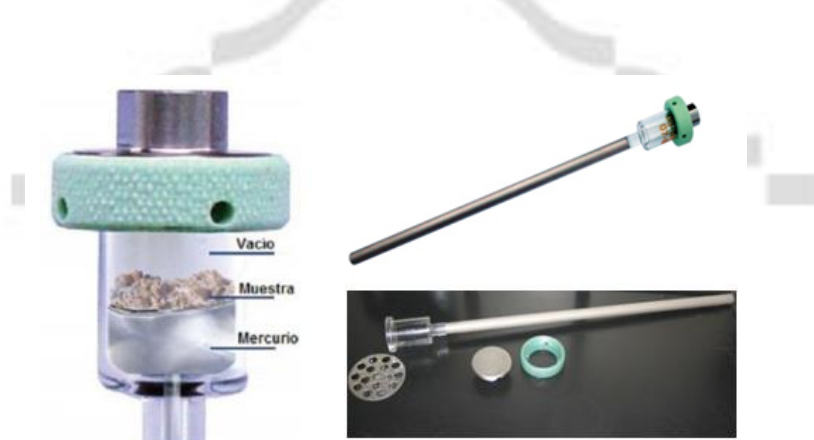


Figura 3. Detalles del portamuestras o penetrómetro, Micromeritics.

El diseño de los penetrómetros para muestras en forma de polvo es diferente al de las muestras sólidas. Para muestras en forma de polvo, el capilar se alarga en el interior del bulbo para evitar que el polvo entre en el capilar durante la fase de evacuación, por acción de la bomba de vacío.

La estructura de los penetrómetros permite medir en todo momento el volumen de mercurio existente en el capilar y el volumen que va penetrando en la muestra por acción de la presión aplicada. El tubo capilar adjunto al bulbo portamuestras es de vidrio, aislante eléctrico. Antes de empezar el análisis, se llena de mercurio, conductor eléctrico. Por último, este tubo capilar está recubierto con una pintura metálica conductora. La combinación de dos materiales conductores separados por un material aislante eléctrico genera un condensador, cuya capacitancia es función de las áreas de los conductores, la constante dieléctrica del material aislante y otros parámetros físicos (Ec. 5). La unidad de medida es el faradio (F).

$$Capacidad = \frac{Permitividad \times \text{Área conductores}}{Separación \text{ entre conductores}} \quad [Ec. 5]$$

En este condensador la única variable es el área del conductor interior, el mercurio. El mercurio durante la curva de intrusión va introduciéndose en el bulbo portamuestras y en la red porosa de la muestra por efecto de la presión, y abandona el tubo capilar, disminuyendo el área del conductor y la capacitancia resultante. La capacitancia del tubo capilar es detectada por un transductor colocado en la tapa, que transforma las señales en señales eléctricas proporcionales.

Las medidas de capacitancia son transformadas a su vez en medidas de volumen de mercurio conociendo con precisión las dimensiones del tubo capilar y las ecuaciones que gobiernan los condensadores coaxiales. Por ello, cada penetrómetro adquirido, viene de fábrica con una constante de calibración ( $\mu\text{L}/\text{pF}$ ) para transformar las variaciones de capacitancia ( $\text{pF}$ ) en variaciones de volumen de mercurio ( $\text{mL}$ ). Existen diversos tipos de penetrómetros en función de su volumen de intrusión, según el tamaño de su capilar y del tamaño del bulbo donde introduce la muestra, permitiendo estudiar diferentes tamaños de muestra.

#### Especificaciones:

- Volúmenes de intrusión (capilares): 0,38; 1,1; 1,7; 3,1 y 3,9  $\text{cm}^3$ .
- Tamaño de muestra máximo: cilindro de 2,5 cm de diámetro y 2,5 cm de longitud.
- Precisión en la medida del volumen de intrusión:  $\pm 1\%$  de la escala total de volumen de intrusión.

Para conocer las características de cada penetrómetro consultar el Anexo 1 "Material y accesorios" en la Ficha técnica e Historial de equipo (R.02/PG-06) correspondiente.

#### ▪ **Sistema de seguridad**

El equipo al alcanzar tan elevadas presiones debe incluir necesariamente sistemas mecánicos o electromecánicos de seguridad con el fin de evitar sobrepresiones inesperadas que generen incidentes no deseados. Los sistemas existentes en el equipo son:

- El programa de ordenador que controla el porosímetro no admite que se le ordenen presiones por encima de los límites establecidos por el fabricante.
- El propio porosímetro es incapaz de generar presiones por encima de las establecidas.
- El circuito se paraliza en el momento en que se produce un fallo en el ordenador.
- Como medida final de seguridad, el porosímetro contiene un disco de rotura que, en caso de sobrepresión, procede a romperse liberando el exceso de presión.



### 6.1.2 Equipos auxiliares

Los equipos auxiliares necesarios y que están disponibles en el laboratorio son:

- Balanza Analítica *Mettler AE200 (nº serie 570043)*.
- Desecador de vacío.

### 6.1.3 Materiales

- **Sistema de gas comprimido**

Nitrógeno, N<sub>2</sub> en torno a 1.5 bar.

- **Mercurio**

El mercurio utilizado en esta técnica debe ser de calidad analítica, con una pureza de 99,4%.

El resto de materiales y accesorios están detallados en el Anexo 1 “Material y accesorios” incluido en la Ficha técnica e Historial de equipo (R.02/PG-06).

## 6.2 CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS

El equipo permite el análisis de muestras sólidas en diferentes formas y tamaños o pulverizadas, por lo que el usuario podrá entregar la muestra en polvo, granos, pellets o fibras. El tamaño de la muestra viene determinado por el tamaño de la cápsula del penetrómetro. Este puede ser de 3 cc y 5 cc para muestras en polvo y material particulado.

El análisis por porosimetría de mercurio es una técnica destructiva en la que se pierde la muestra. Es aconsejable que el usuario entregue la mayor cantidad de material disponible por los posibles imprevistos durante la realización del mismo.

## 6.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

La preparación de muestras deberá ser llevada a cabo por el personal del Servicio como tratamiento previo al análisis de la muestra en el equipo. Se dejará constancia de la

necesidad de tratamiento previo de la muestra en el Registro “Entrada y salida de muestras del LCPM-SAT” (R.01/PO-LCPM-SAT) en el momento de la recepción de la misma.

En general, las muestras no precisan un pretratamiento previo antes de ser analizadas, salvo que las muestras sean especialmente porosas o hidrofílicas. En ese caso, antes de iniciar el análisis, las muestras serán secadas (estufa) y una posterior desgasificación mediante flujo de un gas inerte, si se estima oportuno.

### 6.3.1 Pesar la muestra

Para pesar la muestra se seguirán los siguientes pasos:

1. Encender y tarar la balanza.
2. Esperar a que la balanza se estabilice.
3. Colocar la muestra.
4. Esperar a que la balanza se estabilice y anotar el peso que marca.
5. Anotarlo en el Registro “Uso del Porosímetro de Mercurio” (R.01/IT-LCPM-04).

### 6.3.2 Selección del penetrómetro

En la Figura 4 se muestra un esquema de un penetrómetro con las dimensiones básicas que se utilizan para el cálculo del máximo volumen de poros que puede ser medido (Ec. 6 y 7).

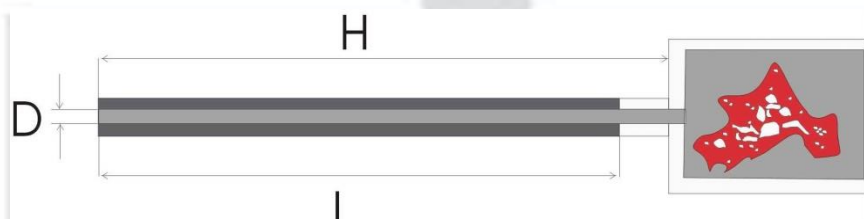


Figura 4. Esquema del penetrómetro. Dimensiones del penetrómetro: L, D y H.

$$\text{Máximo volumen que puede ser medido} = \left[ \frac{\pi \cdot D^2}{4} \cdot I \right] \quad [\text{Ec. 6}]$$

$$\text{Volumen total del capilar} = \left[ \frac{\pi \cdot D^2}{4} \cdot H \right] \quad [\text{Ec. 7}]$$

**IMPORTANTE:** El porcentaje de capilar usado del penetrómetro para un ensayo correcto y un resultado fiable cumplirá que: el volumen de poros de la muestra no deberá ser menor al 25% del volumen del capilar del penetrómetro y no deberá ser superior al 90% del mismo.

Conociendo algunas propiedades del material a analizar se puede seleccionar el penetrómetro que mejor se ajusta a sus características. El diseño de los penetrómetros es diferente para muestras sólidas o en forma de polvo (mayor tamaño de capilar y bulbo).

Por ejemplo, una muestra sólida que pesa 29 g, tiene una densidad de 8,9 g/cm<sup>3</sup> y una porosidad aproximada del 20%:

$$\text{Volumen muestra} = \frac{\text{masa}}{\text{densidad}} = \frac{29 \text{ g}}{8,9 \text{ g/cm}^3} = 3,26 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volumen poros aprox.} = (\text{porosidad})(\text{volumen muestra}) = (3,26 \text{ cm}^3)(20\%) = 0,652 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volumen total aprox.} = \text{volumen poros} + \text{volumen muestra} = (3,26 + 0,652) \text{ cm}^3 = 3,91 \text{ cm}^3$$

Para este ejemplo el penetrómetro para sólido más apropiado es el que presente un capilar de 1,131 cm<sup>3</sup> (ver Anexo I, especificaciones portamuestras, en la Ficha e Historial de equipo).

Finalmente,

$$\text{El \% de volumen de intrusión máximo requerido por esta muestra es} = \frac{0,652 \text{ cm}^3}{1,131 \text{ cm}^3} = 58\%$$

### 6.3.3 Colocación de la muestra

Colocar la muestra en el penetrómetro, engrasar (grasa *Apiezon*) el vértice superior de la cámara de muestra, con objeto de sellar la tapa del penetrómetro (Figura 5). Luego, poner el cierre y la tuerca.



Figura 5. Engrase del penetrómetro.

Instalar el penetrómetro en la pieza de sujeción y sellar el penetrómetro con la llave, girando en sentido horario, Figura 6.

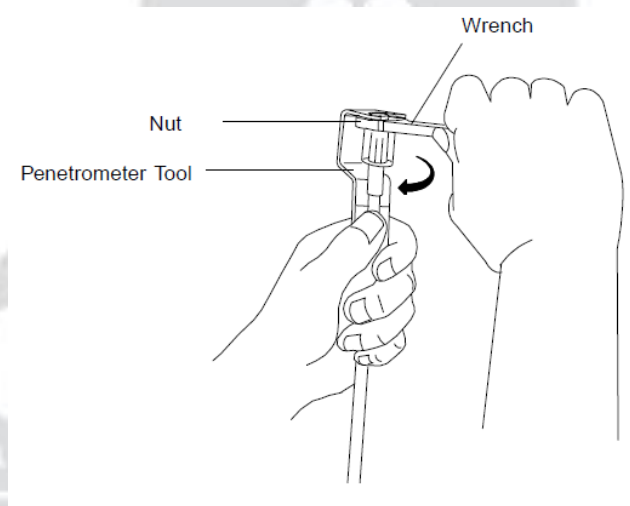


Figura 6. Sellado del penetrómetro.

Añadir grasa *Dow Corning* al extremo del *stem* o vástago (aprox. 3 cm) a partir de 1 cm del final. Y limpiar el exceso de grasa en el interior y exterior del bulbo.

#### 6.4 CONDICIONES DE USO DEL EQUIPO Y PROGRAMA DE ANÁLISIS

Antes de cargar una muestra para el análisis se deberá verificar lo siguiente:

- Ajuste de presión en el regulador de gas ( $N_2$  en torno a 1,5 bar).
- Nivel de mercurio.
- Muestra desgasificada y pesada.

- d. Los niveles de aceite de alta presión.
- e. El nivel de aceite de la bomba de vacío.

Después que la muestra ha sido desgasificada y pesada, se llevará a cabo el siguiente procedimiento para comenzar con el análisis.

#### 6.4.1 Encendido del equipo e inicio del programa de análisis

El equipo se mantendrá encendido siempre. Cada vez que se requiera realizar un análisis, se utilizará el programa de análisis AutoPore 9500 desde el ordenador que controla el equipo.

#### 6.4.2 Definir la muestra

Para definir la muestra se deberá crear, en primer lugar, un archivo especificando el nombre para la muestra que permitirá su correcta identificación, seleccionar *File > Open > Sample information*. Elegir como nombre de la muestra el código indicado por el usuario en el recipiente de la muestra que entrega al Servicio y se definirá en la casilla (*Sample*).

En la Figura 7 se presenta la ventana que se abrirá en el programa para introducir los datos de la muestra.

AutoPore IV 9500 V1.09 - [C:\9500\DATA\BONSAI\000-327.SMP]

File Unit1 Reports Options Windows Help

<< Prev Sample Information Analysis Conditions

Sample ID: C2

Operator: Judith Rodriguez

Submitter: Luisa Vera

Sample Weight: 2,3324 g

Assembly Weight<sup>1</sup>: 141,0000 g

User Parameters

Material Parameters...

<sup>1</sup>Assembly Weight is the sample + penetrometer + mercury weight after the low pressure analysis.

Type of Data

Automatically collected

Manually entered

Replace All...

Esta ventana permite introducir:

- Nombre de la muestra
- Operario
- Cliente/Servicio
- Peso de la muestra

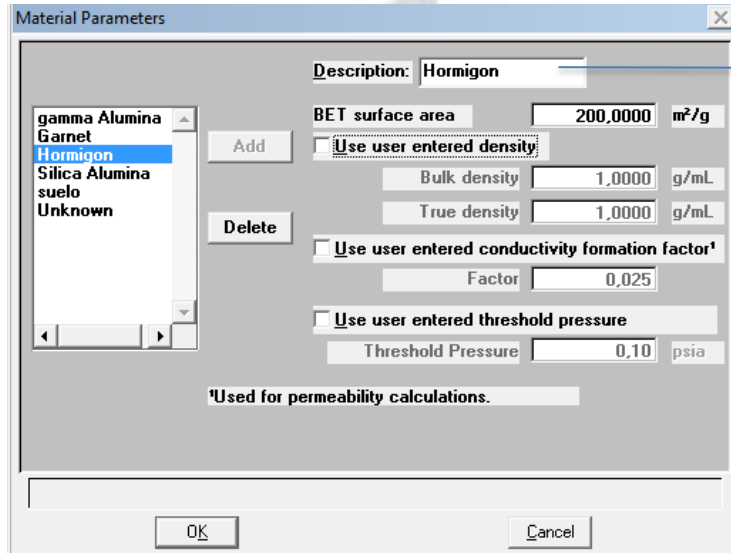
Los datos serán tomados automáticamente.

Figura 7. Identificación de la muestra.

También se deberá indicar el nombre de la persona que realiza el ensayo (*Operator*), el usuario que solicita la prestación del servicio (*Submitter*) y la cantidad de muestra pesada (*Sample Weight*) en los espacios dispuestos para tal fin en el cuadro de diálogo.

### 6.4.3 Definir tipo de material de la muestra

Para indicar el tipo de material que compone la muestra, se pulsa en “Material parameters” (Figura 8) y se podrá especificar la densidad real y la densidad de contorno. La superficie específica BET se suele dejar con el valor por defecto que muestra el programa, 200 m<sup>2</sup>/g.



Esta ventana permite introducir:

- Tipo de material de la muestra.
- Densidad real muestra (g/mL).
- Superficie específica BET (m<sup>2</sup>/g).

Figura 8. Identificación del tipo de material de la muestra.

#### 6.4.4 Definir condiciones de análisis

Se selecciona condiciones de análisis “Analysis conditions”:

1. Tiempo de equilibrado del mercurio, [s]: el tiempo de equilibrado del Hg desde la inyección será 10 segundos, valor por defecto en el programa tal como se muestra en la Figura 9, tanto en baja como en alta presión, este tiempo es imprescindible para la estabilización del mercurio en el *stem* o vástago antes de la medida.

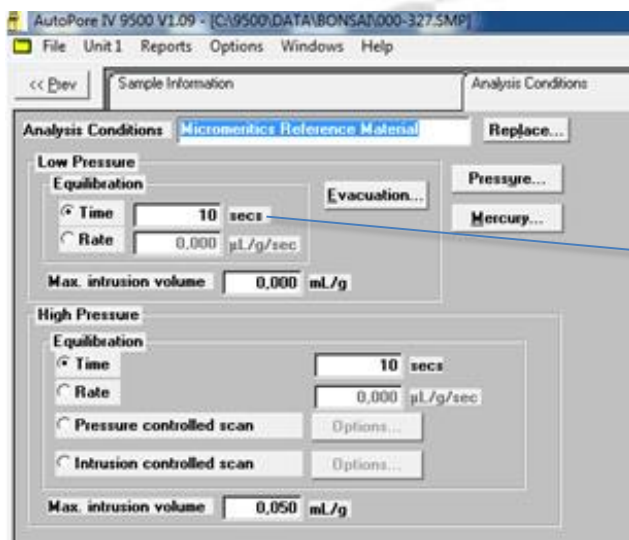


Figura 9. Tiempo de equilibrado del mercurio.

2. Selección de los valores de presión, [psia]: para seleccionar los valores de presión que se van a ir generando en el interior del equipo durante el análisis, pulsar "Pressure" (Figura 10).

**IMPORTANTE:** en la tabla que muestra el programa de análisis, se eliminará (pulsando "delete") las filas 25 y 30 psia, debido a que provocan problemas en el desarrollo del análisis.



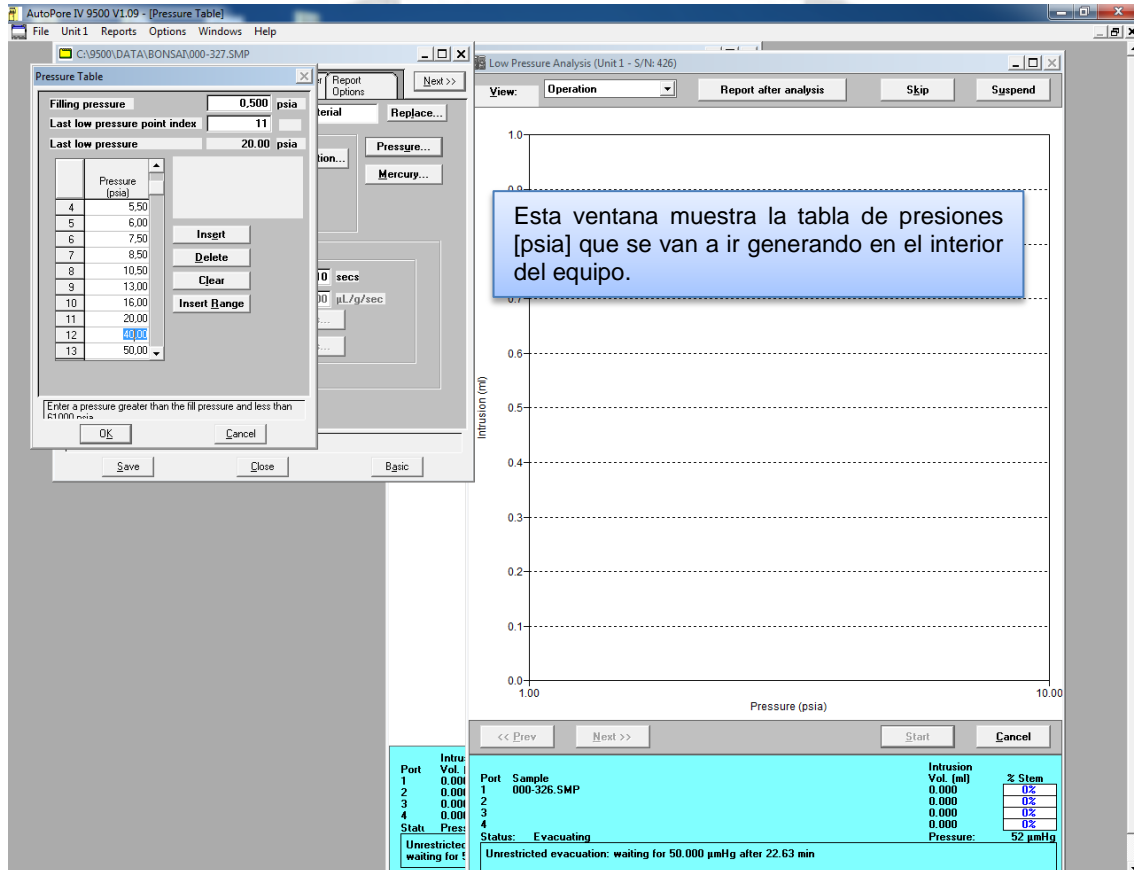


Figura 10. Selección de los valores de presión.

3. Ángulo de contacto del mercurio: si se precisa modificar el ángulo de contacto del Hg, pulsar “Mercury”. Por defecto marca 130° el valor más comúnmente empleado salvo especificación. Este parámetro varía en función de la temperatura y material.
4. Selección del penetrómetro: los diferentes penetrómetros disponibles en el laboratorio están archivados en el programa, con sus respectivas especificaciones. Para seleccionar el penetrómetro a utilizar en la medida, pulsar “Penetrometer Properties”.

Una vez introducidos todos los datos, guardar la información pulsando “save”.

## 6.5 REALIZACIÓN DEL ANÁLISIS

La realización del análisis se lleva a cabo en dos etapas:

- Análisis de baja presión
- Análisis de alta presión

### 6.5.1 ANÁLISIS DE BAJA PRESIÓN

#### ▪ Evacuación

Antes de iniciar el análisis, se realiza un tratamiento previo de evacuación de manera automática, con el fin de eliminar de los poros los gases y vapores (generalmente agua) antes de introducir el mercurio en el interior de la red porosa del material en estudio.

Se coloca la muestra dentro del penetrómetro, luego, con el penetrómetro debidamente sellado se sitúa en el puerto de baja presión y comienza el proceso de evacuación se realiza mediante cuatro fases (Figura 11):

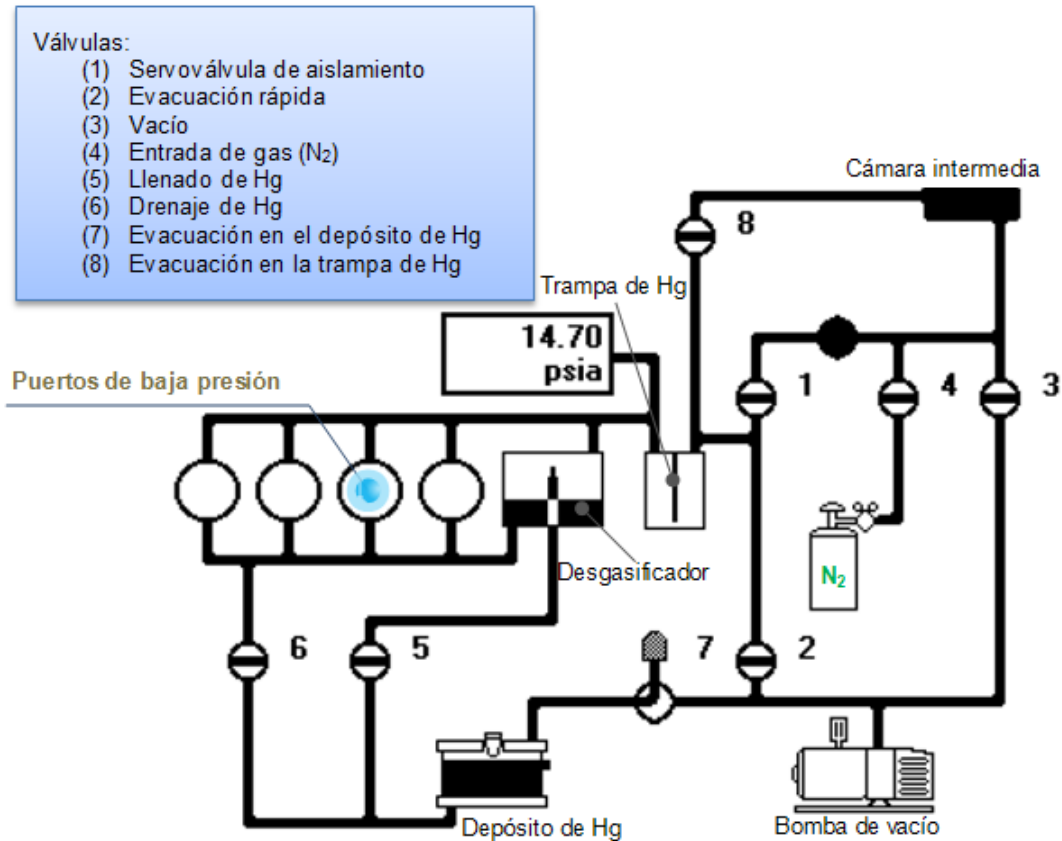


Figura 11. Esquema del sistema de baja presión del porosímetro de Hg.

**1. Evacuación controlada:** hasta obtener la presión objetivo 0,0043 MPa.

- Velocidad de variación: 0,034 MPa/min.
- Válvulas abiertas (1) y (3) + Servoválvula.

**2. Evacuación en dos fases:** 0,0043 MPa – 900  $\mu$ m Hg.

- Válvulas abiertas (3) y (8).
- Cambio de transductor de presión (MPa) a transductor de vacío ( $\mu$ m Hg).

**3. Evacuación sin límites:** hasta obtener la presión objetivo de 50  $\mu$ m Hg.

- Válvulas abiertas (2), (3) y (8).

#### 4. Evacuación por un tiempo especificado: 5 minutos.

- Válvulas abiertas (2), (3) y (8).

Cuando la presión interior alcanza 50  $\mu\text{m Hg}$  se inicia la intrusión de mercurio, análisis de baja presión.

##### ▪ Análisis de baja presión

El análisis de baja presión se realiza:

- Intervalo de presión comprendida entre 0 – 50 psia (345 kPa)
- Diámetro de poro: 360 a 3,6  $\mu\text{m}$

El programa permite supervisar el progreso del análisis en baja presión (Figura 11), a tiempo real en el monitor del ordenador. Hay que seleccionar la *Unit 1* “Show instrument schematic” desde el menú principal y se podrá observar:

- Estado de las válvulas, abiertas / cerradas.
- El estado del desgasificador de mercurio, hay cuatro estados: agotado (*drained*), parcialmente lleno (*partially filled*), lleno (*filled*) y sobrellenado (*overfilled*). Para este último estado el programa avisa con una alarma en rojo en la pantalla.
- Trampa de mercurio: indica si está vacío o si contiene más de 6 mm de mercurio (el programa avisa con una alarma en rojo en la pantalla).
- Depósito de mercurio: muestra el nivel del mercurio en el depósito, si es bajo se debe añadir mercurio.

El análisis de baja presión consiste en aplicar de una forma continua o escalonada el intervalo de presiones programadas mediante un gas inerte (nitrógeno) para forzar al mercurio a penetrar en los poros de mayor tamaño de la muestra. La presión y el volumen de mercurio inyectado quedan registrados. Al llegar a la máxima presión programada, se reduce a la presión atmosférica.

Los pasos a seguir son:

- 1) Colocar el penetrómetro en uno de los cuatro puertos de baja presión. Retirar el detector de capacitancia. Girar el pomo de retención en sentido anti horario y retirar la varilla. Introducir el penetrómetro y girar el pomo en sentido horario para asegurarlo. Colocar el detector en su posición.

**IMPORTANTE:** asegurar que el resto de puertos tienen su varilla y están bien cerrados. En el caso de que no se haya utilizado el equipo desde hace tiempo, se puede comprobar generando baja presión hasta 30 psia y luego vacío hasta 50  $\mu\text{m Hg}$  y comprobar que se llega efectivamente a esos valores. Luego aplicar presión de 14 psia antes de abrir.

- 2) En el programa, seleccionar *Unit 1, low pressure analysis*.
  - i. Pulsar en "Browse" sobre el puerto en el que se ha colocado el penetrómetro.
  - ii. Indicar la muestra previamente definida dentro del listado.
  - iii. Pulsar *next*.
  - iv. Comprobar que está seleccionado "sample" dentro del menú elegir condiciones de análisis, *choose analysis conditions*.
  - v. Pulsar "Start".
  - vi. Tras 15 minutos aproximadamente aparece el *report*.
  - vii. Cerciorarse que la presión es atmosférica y abrir el puerto, sacar el penetrómetro y volver a colocar la varilla.

**IMPORTANTE:** el mercurio no sale del stem ya que está sometido a capilaridad.

- viii. Se pesa en la balanza el conjunto: penetrómetro + muestra + Hg.
- ix. Una vez pesado, se transfiere el portamuestras al puerto de alta presión donde se continúa con el llenado de los poros, accediendo a los de menor tamaño.

## 6.5.2 ANÁLISIS DE ALTA PRESIÓN

El análisis de alta presión se realiza:

- Intervalo de presión comprendida entre presión atmosférica – 60.000 psia (414 MPa)
- Diámetro de poro: 6 a 0,03  $\mu\text{m}$ .

El programa permite supervisar el progreso del análisis en alta presión (Figura 12) a tiempo real en el monitor del ordenador. Hay que seleccionar la *Unit 1* “Show instrument schematic” desde el menú principal.

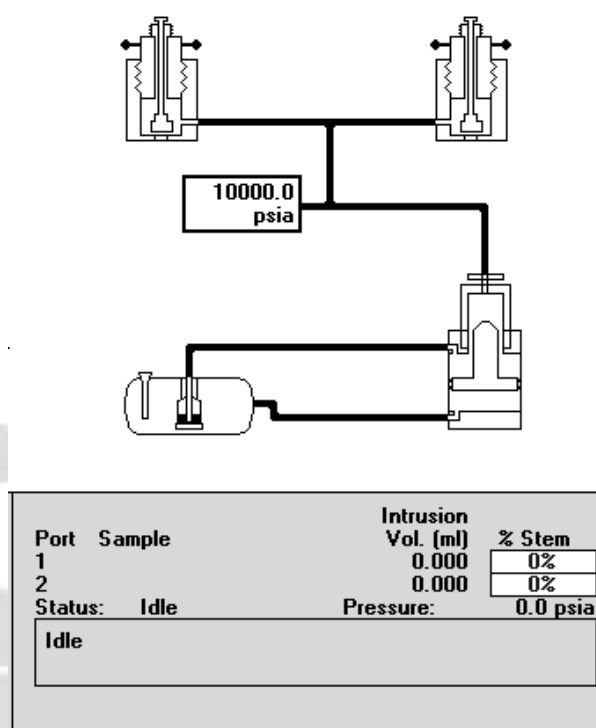


Figura 12. Esquema del sistema de alta presión del porosímetro de Hg.

Para realizar el análisis de alta presión, los pasos a seguir son:

- 1) Elegir uno los puertos de alta presión, el cual está rodeado de aceite que es el medio por el que se le comunican las altas presiones al penetrómetro.
  - i. Se giran los brazos y se levanta la cámara. Comprobar que el nivel del líquido de alta presión supera el orificio lateral.
  - ii. Colocar el penetrómetro en uno de los puertos de alta presión. Se coloca en sentido vertical apoyando el sello en un saliente que hay en el fondo del puerto.

- iii. Bajar la cámara y cerrarla girando los brazos. Antes de cerrar completamente, abrir la válvula de venteo para permitir la salida de aire.
  - iv. Cerrar completamente y volver a abrir ligeramente, para permitir purga de aire. Repetir el procedimiento tantas veces como sea necesario, hasta que deje de burbujear aire.
  - v. Abrir la válvula de venteo de la otra cámara de presión. Dejar que se escape el aire.
  - vi. Cerrar ambas válvulas de venteo.
- 2) En el programa, seleccionar la *Unit1, high pressure analysis*.
- i. Pulsar en “Browse” sobre el puerto en el que se ha puesto el penetrómetro.
  - ii. Indicar la muestra previamente definida dentro del listado. Indicar el peso de la muestra, el mercurio y el penetrómetro.
  - iii. Pulsar “next”.
  - iv. Pulsar “Start”.
  - v. Abrir ambas válvulas de venteo (indica el programa).
  - vi. Cerrar ambas válvulas de venteo (indica el programa).
  - vii. Cuando termina el análisis sale el *report*.
  - viii. Abrir la cámara, dejar escurrir el penetrómetro y retirarlo.

**IMPORTANTE:** Antes de sacar la muestra del equipo, es importante asegurarse de que la presión en el interior del puerto de alta presión ha vuelto a la presión atmosférica cuando finalice el análisis (sistema indicador de alta presión del equipo no esté iluminado).

Los problemas detectados durante el análisis de la muestra por porosimetría de Hg deberán ser registrados por el personal del Servicio en el “Libro de Incidencias” (R.10/PG.07) y en la “Ficha Técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06), indicando si es necesaria la reparación del equipo por parte del Servicio Técnico.

## 6.6 TRATAMIENTOS DE DATOS

### 6.6.1 PRESENTACIÓN DEL INFORME DE ANÁLISIS

En el informe aparecen los siguientes datos:

- Operador y fecha
- Identificación de la muestra
- Cantidad de muestra, expresada en gramos
- Portamuestra (penetrómetro) seleccionado
- Presión de llenado de Hg
- Constante de calibración del portamuestra o penetrómetro
- Ángulo de contacto usado (en grados)
- Densidad del mercurio y temperatura
- Especificación del estado de la muestra: sólido o polvo

Los datos experimentales registrados se detallan en una tabla (Tabla 3) con diversas columnas con la siguiente información:

**Tabla 3. Datos experimentales tras un análisis de porosimetría de mercurio.**

Presión (psia)	Diámetro de poro ( $\mu\text{m}$ )	dV/dlogD Volumen de poros (mL/g)	dV/dD Volumen de poros (mL/g/ $\mu\text{m}$ )
----------------	------------------------------------	----------------------------------	---

Esta presentación puede ser modificada según los requerimientos del cliente y/o servicio. Pulsar opciones del informe final “report options” para seleccionar los datos, cálculos, tablas y gráficas que se deseen mostrar. Se seleccionará guardar “save” y cerrar “close” para que los valores asignados se guarden en el archivo que define a la muestra.



## 6.6.2 REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LOS RESULTADOS DE ANÁLISIS

El equipo registra los valores de volumen de mercurio introducido en la muestra con respecto a la presión aplicada tanto en baja como en alta presión. El volumen de mercurio se puede representar en una curva acumulada (Figura 13) y/o diferencial (Figura 14).

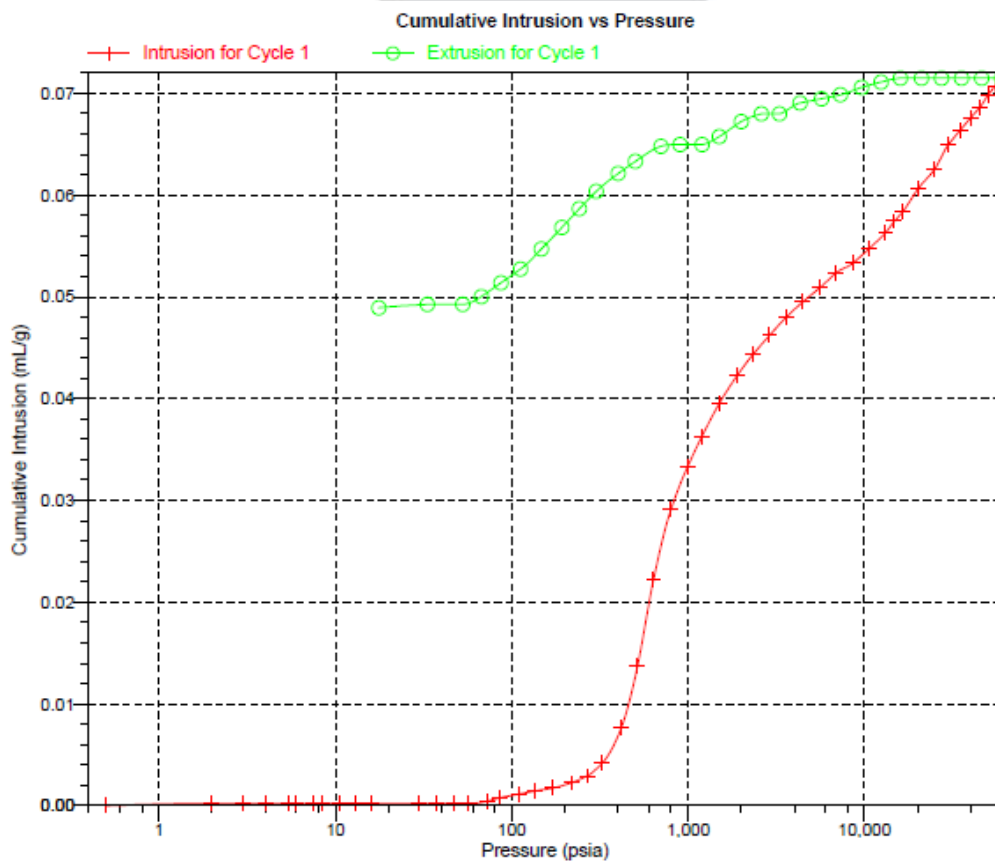


Figura 13. Curva de volumen acumulado respecto a la presión aplicada.

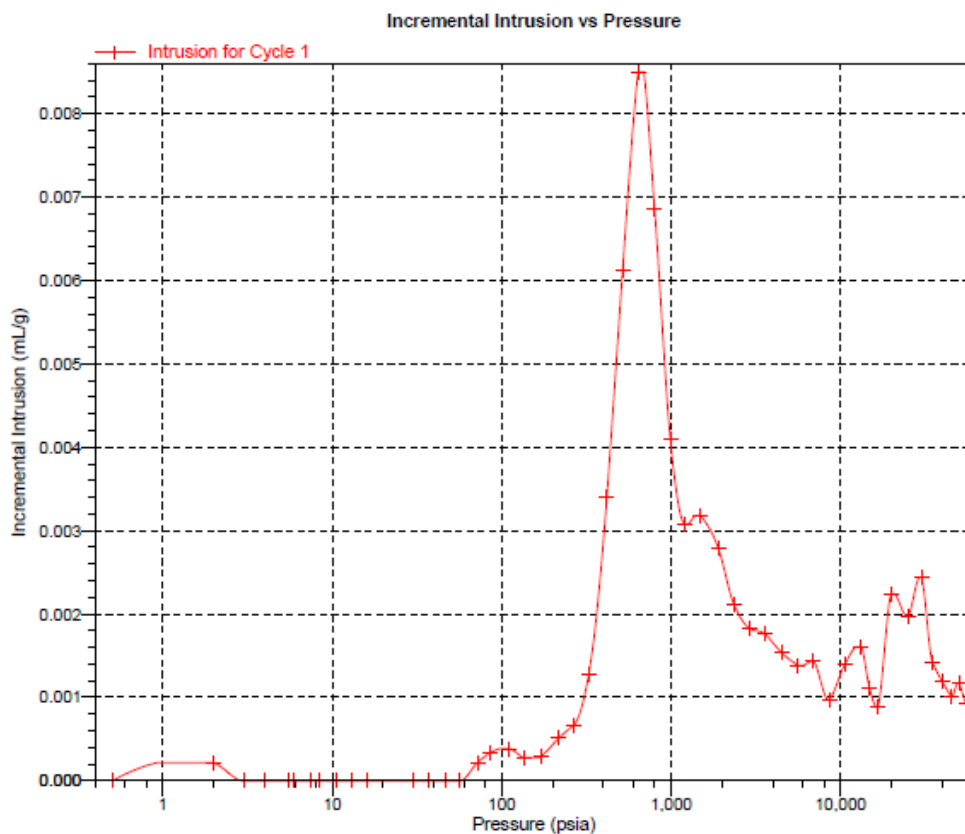


Figura 14. Curva diferencial del volumen de mercurio respecto a la presión aplicada.

La curva de volumen de mercurio introducido en función de la presión, puede transformarse en tamaño de poro (diámetro o radio de poro) mediante la Ecuación de Washburn (Ec. 1), tal como se muestran en las Figuras 15 y 16.

MANEJO DEL POROSÍMETRO DE MERCURIO AUTOPORE IV 9520

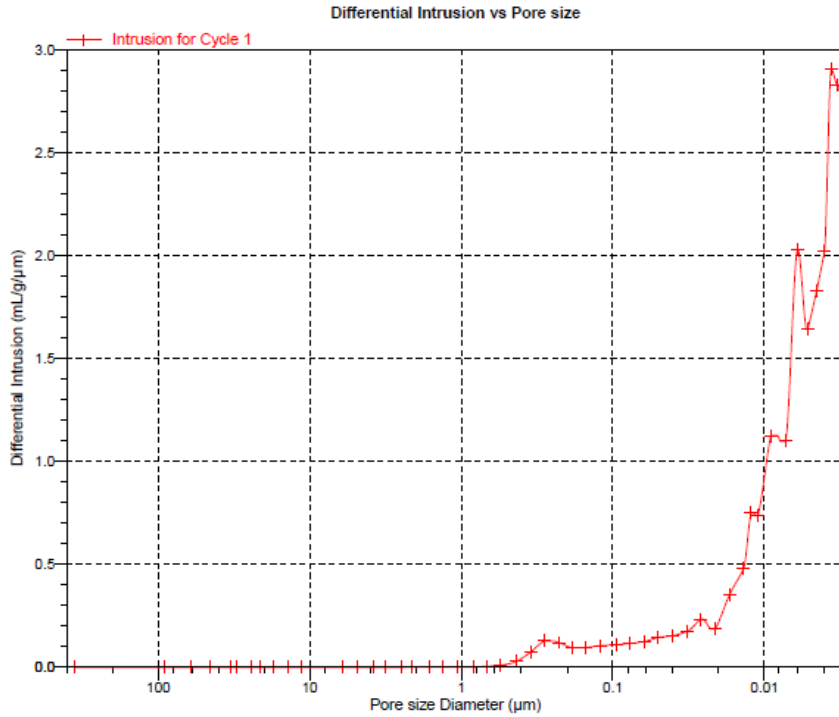


Figura 15. Volumen de mercurio incremental respecto al diámetro de poro.

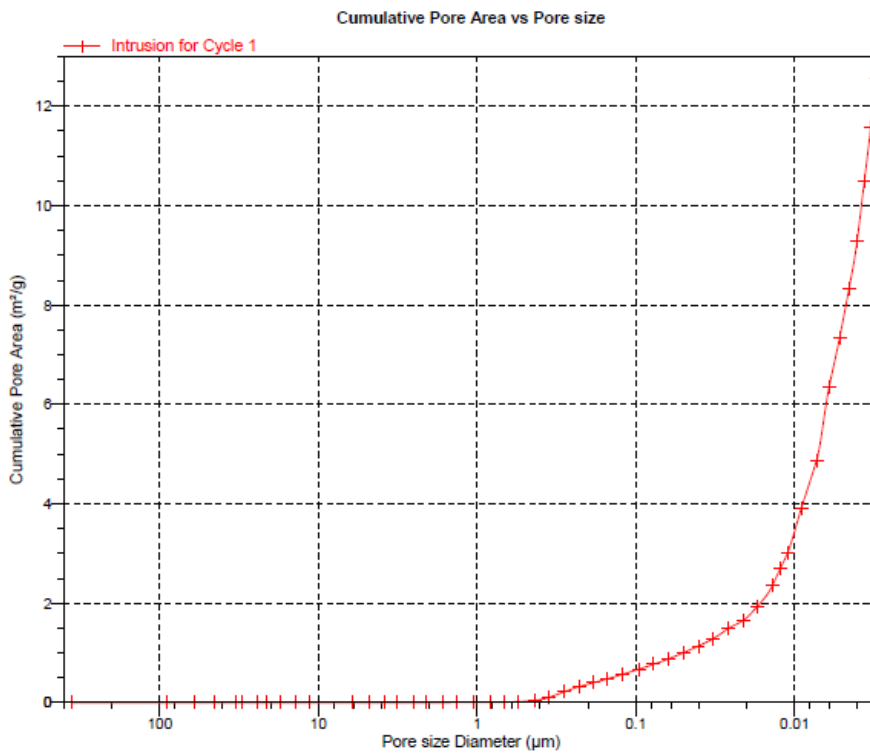


Figura 16. Área de poros acumulada respecto al diámetro de poro.

## 6.7 LIMPIEZA DE LOS PENETRÓMETROS

*IMPORTANTE: La limpieza se realiza en la campana de gases. Tener siempre presente que se trabaja con mercurio, que es una sustancia tóxica. Obligatorio el uso de guantes.*

Antes de comenzar con el procedimiento de limpieza, verificar que el material necesario para llevarlo a cabo se encuentra en el interior de la campana de gases. El material a utilizar es:

- Herramientas de cierre y apertura para el penetrómetro
- Pincel y escobillas de limpieza
- Papel de limpieza

El depósito de residuos y una bomba de vacío para el mercurio están ubicados en el interior de la campana de gases.

El proceso de limpieza consta de los siguientes pasos:

- 1) Se abre el penetrómetro utilizando las llaves. En esta operación hay que ser sumamente cuidadoso porque se ejerce fuerza y puede romperse el capilar y/o bulbo del penetrómetro.
- 2) Una vez abierto, se vacía el contenido de mercurio en el depósito de residuos. Los posibles restos de mercurio que puedan quedar, se limpian con el pincel y escobillas y son retirados al depósito de residuos.
- 3) Verificar que la zona de trabajo esté limpia sin restos de mercurio.
- 4) Para finalizar, se deja secar el penetrómetro hasta el siguiente uso, en el lugar previsto para tal fin.

La limpieza y secado del penetrómetro es esencial para obtener resultados de análisis exactos y reproducibles. Para cualquier ampliación de información del proceso, consultar DE.LCPM.15 Manual de operación del AutoPore IV 9500 versión 1.0, capítulo 5 apartado 10 ("Cleaning Penetrometers").

## 6.8 CALIBRACIÓN DE LOS PENETRÓMETROS

La operación de calcular el volumen promedio de calibración del penetrómetro sólo será necesario realizarla cuando se usa por primera vez un penetrómetro. Se crea el archivo de propiedades del penetrómetro y se introduce el volumen promedio que quedará guardado para posteriores análisis.

Para calibrar un penetrómetro, se realiza un análisis de baja presión y se ejecuta sin muestra. Se crea un archivo de ejemplo, desde el menú principal, seleccionar *Open, Sample information* y escribir el nombre que desea utilizar para esta calibración, pulsar *ok* y *yes* para crear el archivo. Poner cero para el peso de la muestra y seleccionar en el archivo de propiedades del penetrómetro (*penetrometer properties*) el que corresponde con el tamaño y tipo de penetrómetro que se va a calibrar. Luego, pulsar *pressure* para editar la tabla de presión, si es necesario. Realizar el análisis de baja presión, y una vez finalizado se limpia el penetrómetro. Se repita este proceso tres veces, utilizando el Registro "Calibración del penetrómetro" (R.02/IT-LCPM-04). Finalmente, se obtiene el promedio de los volúmenes resultantes y se añade en el archivo de propiedades del penetrómetro introduciendo el volumen calibrado en el campo "volume".

1. Peso del penetrómetro vacío sellado, anotarlo en el registro.
2. Ejecutar análisis de baja presión para llenar penetrómetro con mercurio.
3. Peso del penetrómetro lleno de mercurio, anotarlo en el registro.
4. Peso del mercurio, anotarlo en el registro.
5. Anotar la temperatura ambiente.
6. Volumen del penetrómetro (las 3 repeticiones dividido por la densidad del mercurio, ver la tabla de referencia en el Registro "Calibración del penetrómetro", (R.02/IT-LCPM-04)

## 6.9 CALIBRACIÓN/VERIFICACIÓN DEL EQUIPO

Se recomienda la calibración del equipo periódicamente por el Servicio Técnico.

Se recomienda realizar un análisis regularmente (cada 6 meses) con una muestra de material certificado de referencia para verificar el buen funcionamiento del equipo y su calibración, cada vez que se realice esta operación anotarlo en el Registro “Ficha Técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06). A continuación se detallan las condiciones de análisis con el material de referencia Sílice – Alúmina (Micromeritics), Tabla 4:

**Tabla 4. Condiciones de verificación del funcionamiento del porosímetro de mercurio.**

Volumen del <i>stem</i> del penetrómetro [cm <sup>3</sup> ]	Cantidad de material de referencia [g]
1,131	1,0
1,836	1,7
Se recomienda el uso de un penetrómetro de polvo con un volumen de bulbo de 5 cc	
Condiciones del análisis	
Evacuación baja presión	50 µm Hg
Tiempo de equilibrio	10 s
Ángulo de contacto	130°
Tensión superficial	485 dinas/cm
Corrección de blanco	Seleccionar archivo
Presión de llenado	5,0 ± 0,1 psia
Incremento de volumen máximo	0,05 mL/g
Resultados de la verificación	
Volumen total de intrusión a P= 60,000 psia	0,53 ± 0,02 mL/g
Mediana de diámetro de poro (volumen) a P= 60,000psia	0,0073 ± 0,005 µm

## 6.10 NORMATIVA

- ISO 15901-1:2005: “Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption - Part 1: Mercury Porosimetry”.
- ASTM D4284 – 12: “Standard Test Method for Determining Pore Volume Distribution of Catalysts and Catalyst Carriers by Mercury Intrusion Porosimetry.”

MANEJO DEL POROSÍMETRO DE MERCURIO AUTOPORE IV 9520

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-04

Rev.: 01

Página 36 de 36

- ASTM D4404 – 10: “Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry”.

## 7 REGISTROS / ANEXOS

Registro/Anexo	Código	Responsable archivo	Soporte	Tiempo conservación
Protocolo de uso del Porosímetro de Mercurio	Anexo 1	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años
Uso del Porosímetro de Mercurio	R.01/IT-LCPM-04	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años
Calibración del penetrómetro	R.02/IT-LCPM-04	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años
Formación del técnico/becario para uso del Porosímetro de Mercurio	R.03/IT-LCPM-04	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años

## ANEXO 1: PROTOCOLO DE USO DEL POROSÍMETRO DEL MERCURIO

<b>Cuestiones previas</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Usar guantes dobles, bata abrochada y enmangada en todo momento.</li> <li>✓ Revisar el nivel de mercurio y el nivel de aceite de alta presión y de la bomba de vacío antes de cada análisis.</li> <li>✓ Al colocar la muestra en el penetrómetro hay que tener cuidado con no introducirla en el <i>stem</i>.</li> </ul>
<b>Protocolo de medida</b>
<p>(El equipo siempre se mantiene encendido)</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Abrir el regulador de N<sub>2</sub> en torno a 1.5 bar.</li> <li>2. Encender ordenador. Iniciar el programa AutoPore.</li> <li>3. Seleccionar el penetrómetro en función del volumen (3-5 cc) y tipo de muestra (sólido/polvo). Se necesita saber aproximadamente la porosidad de la muestra: cuanto más porosidad, más volumen de Hg y mayor el <i>stem</i>. El volumen del <i>stem</i> tiene que estar entre el 25-90% del volumen total a añadir (ver IT-LPCM-04 ejemplo de los cálculos y una tabla con las características de los penetrómetros).</li> <li>4. Pesar la muestra.</li> <li>5. Añadir muestra en el penetrómetro, sellar con la grasa Apiezon aplicándola en el borde del bulbo, colocar el cierre y la tuerca. Instalar el penetrómetro en la pieza de sujeción y sellar el penetrómetro con la llave, girando en sentido horario. Añadir grasa Dow Corning al extremo del <i>stem</i> (unos 3 cm) a partir de 1 cm del final.</li> <li>6. Definir la muestra en el programa.             <ol style="list-style-type: none"> <li>a. Ir a <i>File</i>, seleccionar <i>Open, Sample information</i>. Pulsar "Ok" y "Yes".</li> <li>b. <i>Sample Information</i>.                 <ol style="list-style-type: none"> <li>i. <i>Sample</i>: identificar muestra,</li> <li>ii. <i>Operator</i>: operador</li> <li>iii. <i>Submitter</i>: usuario.</li> <li>iv. <i>Sample Weight</i>: peso de la muestra</li> <li>v. Pulsar en "Material parameters". Se define/indica el tipo de muestra. Se puede añadir la densidad real. La superficie específica BET se suele dejar en 200 m<sup>2</sup>/g.</li> </ol> </li> <li>c. <i>Analysis conditions</i>.                 <ol style="list-style-type: none"> <li>i. Modificar los puntos de presión en el análisis. Pulsar "pressure". <b>De la tabla eliminar (pulsando "delete") las filas de 25 y 30 psia (dan problemas en el análisis).</b></li> <li>ii. Opcional. Modificar el ángulo de contacto del Hg. Pulsar <i>Mercury</i>, por defecto pone 130°. Varía en función de la temperatura y material.</li> </ol> </li> <li>d. <i>Penetrometer Properties</i>. Seleccionar el penetrómetro a utilizar en la medida.</li> <li>e. Guardar la información pulsando "save".</li> </ol> </li> </ol>
<b>Análisis de baja presión</b>
<ol style="list-style-type: none"> <li>7. Colocar el penetrómetro en uno de los 4 puertos de baja presión. Retirar el detector de capacitancia. Girar el pomo de retención en sentido anti horario y retirar la varilla. Introducir el penetrómetro y girar el pomo en sentido horario para asegurarlo. Colocar el detector en su posición.</li> </ol> <p><b>IMPORTANTE:</b> asegurar que el resto de puertos tienen su varilla y están bien cerrados. En el</p>



*caso de que no se haya utilizado el equipo desde hace tiempo, se puede comprobar generando baja presión hasta 30 psia y luego vacío hasta 50  $\mu$ m Hg y comprobar que se llega efectivamente a esos valores. Luego aplicar 14 psia de presión antes de abrir.*

8. Ir a *Unit 1, low pressure analysis*:

- a. Pulsar en "Browse" sobre el puerto en el que se ha puesto el penetrómetro.
- b. Indicar la muestra previamente definida dentro del listado.
- c. Pulsar *next*.
- d. Comprobar que está seleccionado "sample" dentro del menú *choose analysis conditions*.
- e. Pulsar "Start".

9. Tras 15 min aprox., aparece el *report*.

10. Cerciorarse que la presión es atmosférica y abrir el puerto, sacar el penetrómetro y volver a colocar la varilla.

**Nota:** *el mercurio no sale del stem ya que está sometido a capilaridad.*

### Análisis de alta presión

11. Pesar el penetrómetro, muestra y mercurio que se haya introducido.

12. Elegir uno los puertos de alta presión. Girando los brazos se levanta la cámara. Comprobar que el nivel del líquido de alta presión supera el orificio lateral.

13. Colocar el penetrómetro en uno de los puertos de alta presión. Se coloca en sentido vertical apoyando el sello en un saliente que hay en el fondo del puerto.

14. Bajar la cámara y cerrarla girando los brazos. Antes de cerrar completamente, abrir la válvula de venteo para permitir la salida de aire.

15. Cerrar completamente y volver a abrir ligeramente, para permitir purga de aire. Repetir (2 ó 3 veces) hasta que deje de burbujear aire.

16. Abrir la válvula de venteo de la otra cámara de presión. Dejar que se escape el aire.

17. Cerrar ambas válvulas de venteo.

18. Ir a *Unit1, high pressure analysis*:

- a. Pulsar en "Browse" sobre el puerto en el que se ha puesto el penetrómetro.
- b. Indicar la muestra previamente definida dentro del listado. Indicar el peso de la muestra, el mercurio y el penetrómetro.
- c. Pulsar "next".
- d. Pulsar "Start".

19. Abrir ambas válvulas de venteo (indica el programa).

20. Cerrar ambas válvulas de venteo (indica el programa).

21. Cuando termina el análisis sale el *report*.

22. Abrir la cámara, dejar escurrir el penetrómetro y retirarlo.

**IMPORTANTE:** *Antes de sacar la muestra del equipo, asegurarse de que la presión en el interior del puerto de alta presión ha vuelto a la presión atmosférica cuando finalice el análisis (sistema indicador de alta presión del equipo no esté iluminado).*

23. Limpiar el penetrómetro en la campana de gases. Al abrirlo, vaciar el contenido del mercurio en el recipiente previsto. Luego limpiar los restos de mercurio y muestra en la bandeja con

MANEJO DEL POROSÍMETRO DE MERCURIO AUTOPORE IV 9520

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-04

Rev.: 01

Página 3 de 3

agua. Secar el penetrómetro con papel y aire.
<b>Tratamiento de datos</b>
A partir del <i>report</i> obtenido en el análisis de alta presión, se indican los datos a exportar y se guardan como hoja de cálculo. También se puede generar un pdf.
<b>Apagar equipo</b>
Directamente en el interruptor. Comprobar antes que el Hg está drenado y que las cámaras no están presurizadas.
<b>Verificación del análisis</b>
Se recomienda analizar regularmente (cada 6 meses) una muestra de material certificado de referencia Sílice – Alúmina (Micromeritics) para verificar el buen funcionamiento del equipo y su calibración (Ver condiciones en la IT-LCPM-04)

**Nota:** se realizará una copia impresa del “Protocolo de uso del Porosímetro de Mercurio” y se colocará al lado del equipo para su consulta.

## Registro “Uso del Porosímetro de Mercurio”

<b>Referencia</b>	R.01/IT-LCPM-04
<b>Rev.</b>	01

ID:		Usuario:	
Operador:		Fecha:	
Código de Muestra:		Tratamiento:	
Tiempo de uso		Penetrómetro:	
Puerto baja:		Puerto alta:	
Peso muestra:			
Peso port. cerrado + muestra:			
Peso port. Cerrado:			
Peso port. cerrado + muestra + Hg:			
% Stem baja:		% Stem alta (% porosidad):	
Localización Resultados:    Soporte Digital <input type="checkbox"/> Soporte en papel <input type="checkbox"/>			
Observaciones:			

## Registro "Calibración del penetrómetro"

Referencia	R.02/IT-LCPM-04
Rev.	01



### Penetrometer Volume Calibration

Penetrometer Number: \_\_\_\_\_ Date: \_\_\_\_\_  
By: \_\_\_\_\_

**First Calibration of Penetrometer Volume:**

1. Weight of penetrometer filled with mercury ..... g
2. Weight of sealed, empty penetrometer ..... g
3. Weight of mercury (No. 1 minus No. 2) ..... g  
Room temperature = \_\_\_\_\_ °C
4. Volume of penetrometer (No. 3 divided by Density of Mercury\*) ..... cc

**Second Calibration of Penetrometer volume:**

1. Weight of penetrometer filled with mercury ..... g
2. Weight of sealed, empty penetrometer ..... g
3. Weight of mercury (No. 1 minus No. 2) ..... g  
Room temperature = \_\_\_\_\_ °C
4. Volume of penetrometer (No. 3 divided by Density of Mercury\*) ..... cc

**Third Calibration of Penetrometer Volume:**

1. Weight of penetrometer filled with mercury ..... g
2. Weight of sealed, empty penetrometer ..... g
3. Weight of mercury (No. 1 minus No. 2) ..... g  
Room temperature = \_\_\_\_\_ °C
4. Volume of penetrometer (No. 3 divided by Density of Mercury\*) ..... cc

Average Volume of Penetrometer ( $\bar{V}$ ) ..... cc

\*Density of Mercury, refer to the following table.

°C	g/cc	°C	g/cc	°C	g/cc	°C	g/cc
18.0	13.5512	23.2	13.5384	25.2	13.5335	27.2	13.5286
19.0	13.5487	23.4	13.5379	25.4	13.5330	27.4	13.5281
20.0	13.5462	23.6	13.5374	25.6	13.5325	27.6	13.5276
21.0	13.5438	23.8	13.5369	25.8	13.5320	27.8	13.5271
22.0	13.5413	24.0	13.5364	26.0	13.5315	28.0	13.5266
22.2	13.5408	24.2	13.5359	26.2	13.5310	29.0	13.5242
22.4	13.5403	24.4	13.5354	26.4	13.5305	30.0	13.5217
22.6	13.5399	24.6	13.5350	26.6	13.5301	31.0	13.5193
22.8	13.5394	24.8	13.5345	26.8	13.5296	32.0	13.5168
23.0	13.5389	25.0	13.5340	27.0	13.5291	33.0	13.5144

Comments: \_\_\_\_\_

## Registro “Formación del técnico/becario para uso del Porosímetro de Mercurio”

<b>Referencia</b>	R.03/IT-LCPM-04
<b>Rev.</b>	01

Explicación de las partes del equipo	<input type="checkbox"/>
Explicación del encendido y apagado del equipo	<input type="checkbox"/>
Explicación de los menús del programa	<input type="checkbox"/>
Explicación creación y configuración ficheros de muestra	<input type="checkbox"/>
Explicación creación y usos de las plantillas	<input type="checkbox"/>
Explicación del funcionamiento en modo manual	<input type="checkbox"/>
Explicación generación de informes	<input type="checkbox"/>
Explicación del procedimiento de calibración y verificación	<input type="checkbox"/>
Explicación análisis de muestras	<input type="checkbox"/>
Prácticas con muestras reales	<input type="checkbox"/>
Explicación análisis funcionamiento accesorios	<input type="checkbox"/>
Explicación operaciones de mantenimiento preventivo	<input type="checkbox"/>
Explicación y revisión del manual de usuario	<input type="checkbox"/>
Observaciones:	

<b>IMPARTIDO POR</b> <b>Nombre:</b>	<b>TÉCNICO/BECARIO</b> <b>Nombre:</b>
Fecha - -20	Fecha - -20
Fdo.:	Fdo.:

# MANEJO DEL PICNÓMETRO DE HELIO ACCUPYC 1330

ELABORADO/REVISADO	REVISADO	APROBADO
FECHA:	FECHA:	FECHA:
Firma:	Firma:	Firma:
RESPONSABLE DEL SERVICIO	RESPONSABLE DE CALIDAD	DIRECTOR
Nombre: Enrique González Cabrera	Nombre: Antonio Santos Delgado	Nombre: José Luis Rodríguez Marrero

## MODIFICACIONES A LA EDICIÓN ANTERIOR

--

## CONTROL DE DISTRIBUCIÓN

Destinatario:
Nº de copia controlada:

## 1. OBJETO

Procedimiento para la utilización del picnómetro de helio ACCUPYC 1330 en el análisis de muestras.

## 2. ALCANCE

Este procedimiento debe realizarse cuando se reciban muestras para su análisis por picnometría de helio con el equipo ACCUPYC 1330, de Micromeritics (Nº de serie 3818).

## 3. RESPONSABILIDADES

La utilización del picnómetro de helio ACCUPYC 1330 está restringida al personal del Servicio que posea la correspondiente cualificación y que esté recogida en el “Registro de cualificación” (R.03/PG-05). En caso contrario el técnico/becario del Servicio debe recibir un curso de formación para la utilización correcta del equipo, impartido por el Responsable del Servicio, con los contenidos especificados en el Registro “Formación del técnico/becario para uso del Porosímetro de Mercurio” (R.03/IT-LCPM-04).

Este equipo podrá ser utilizado por personal cualificado para este fin, siempre bajo supervisión del personal de Servicio. Queda prohibida su manipulación por toda persona no cualificada.

Los usuarios internos que posean la correspondiente cualificación reconocida y que está recogida en la “Ficha de cualificación del usuario” (R.05/PG-07) podrán hacer uso del picnómetro de helio en modo autoservicio, una vez que el personal del Servicio haya preparado el equipo de acuerdo con la correspondiente solicitud.

El seguimiento e implantación de esta instrucción técnica será responsabilidad del Responsable / Técnico / Becario del Servicio:

### RESPONSABLE DEL SERVICIO

Supervisará y comprobará la correcta preparación y medida realizada por el técnico y/o becario del Servicio.

### TÉCNICO DEL SERVICIO

- Recibir, custodiar y mantener en las condiciones adecuadas las muestras de los usuarios que han sido depositadas en el Servicio.
- Ejecutar el procedimiento de preparación de muestras para análisis por picnometría de helio.
- Al inicio del análisis se anotarán los datos en el Registro “Uso del Picnómetro de Helio” (R.02/IT-LCPM-05). Y al finalizar se apuntará en el Registro “Resultados de análisis del Picnómetro de Helio” (R.01/IT-LCPM-05) y se guardará una copia de los resultados en la carpeta destinada a tal fin, situada en el armario del LCPM, con objeto de realizar una correcta trazabilidad de las muestras. Se conservará la documentación para este equipo en soporte de papel durante un periodo de 3 años.
- Conocer el correcto funcionamiento del equipo en la realización de ensayos por picnometría de helio.
- Limpieza del material de laboratorio.
- Realizar las tareas de mantenimiento necesarias para el buen funcionamiento del equipo descritas en el “Plan de mantenimiento preventivo” (R.02/PG-04).
- Mantener al menos la cantidad mínima requerida de material en el laboratorio para efectuar los análisis y actualizado el listado de inventario del Anexo I: Material y accesorios, incluido en el Registro “Ficha técnica e historial de equipo” (R.02/PG-06).
- Solicitar la compra de materiales cuando sea necesario siguiendo el Procedimiento General “Gestión de compras” (PG-02).
- Realizar las tareas de verificación y calibración del equipo en los periodos establecidos y anotarlo en los Registros “Calibración/Verificación del Picnómetro de Helio”, (R.03/IT-LCPM-05) y “Ficha técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06).
- Cumplir con las normas de seguridad establecidas en el Servicio.



- Utilizar los equipos de protección de seguridad necesarios.
- Vigilar el equipo durante la realización de este procedimiento. No dejar descuidado el equipo o al menos sin las medidas de seguridad adecuadas.
- Impedir que otras personas manipulen y realicen ensayos con el equipo si no están cualificadas.
- Informar al Responsable del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Garantizar la confidencialidad de los datos y resultados que se obtengan durante los estudios realizados en el Servicio.

### BECARIO

- Ejecutar el procedimiento de análisis de muestras en el picnómetro de helio cuando el Técnico del Servicio se lo indique.
- Colaborar en todas las tareas que el Técnico del Servicio le indique.
- Conocer el correcto funcionamiento del equipo que va a utilizar.
- Informar al Técnico del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Asumir las responsabilidades del Técnico del Servicio en ausencia del mismo.

## **4. DEFINICIONES**

PICNOMETRÍA DE HELIO: Analizador que se utiliza para la medida de la densidad aparente de sólidos por medio de dos cámaras de volumen calibrado donde se produce una expansión isoterma de helio gas, como fluido picnométrico. Permite el análisis de muestras sólidas y semisólidas.

La densidad de un material puede determinarse de distintas formas dependiendo del grado y tipo de porosidad existente en el mismo.

**DENSIDAD APARENTE** ( $\rho_{ap}$ ): si se considera el volumen total de la muestra (Ec.1), incluyendo el volumen de la fase sólida y los huecos o poros accesibles como inaccesibles (Figura 1), la densidad determinada se denomina densidad aparente (Ec.2). La unidad de densidad en el S.I. es  $\text{kg/m}^3$ .

$$\text{Volumen aparente} = V_s + V_{ha} + V_{hna} \quad [\text{Ec. 1}]$$

$$\text{Densidad aparente } (\rho_{ap}) = \frac{\text{Masa}}{\text{Volumen aparente}} \quad [\text{Ec. 2}]$$

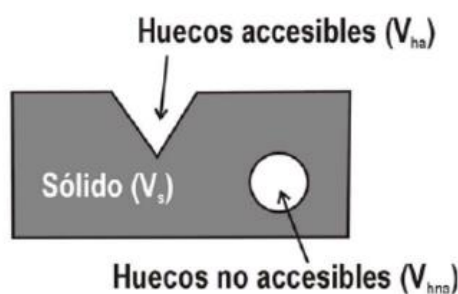


Figura 1. Fase sólida, huecos accesibles y huecos inaccesibles en un sólido poroso.

**DENSIDAD REAL** ( $\rho$ ): si se considera solamente el volumen de la fase sólida excluyendo el volumen de los huecos o poros accesibles e inaccesibles (Ec.3), la densidad determinada se denomina densidad real (Ec.4). La unidad de densidad en el S.I. es  $\text{kg/m}^3$ .

$$\text{Volumen real} = V_s = V_s - (V_{ha} + V_{hna}) \quad [\text{Ec. 3}]$$

$$\text{Densidad real } (\rho) = \frac{\text{Masa}}{\text{Volumen real}} \quad [\text{Ec. 4}]$$

**DENSIDAD DEL ESQUELETO O ESQUELETAL** ( $\rho_{esq}$ ): en las técnicas de estudio de la porosidad que implican la penetración de un fluido en el interior de los poros, esta penetración tendrá lugar exclusivamente en los poros accesibles, dejando vacíos los inaccesibles. Si se considera el volumen de la fase sólida y los poros inaccesibles (Ec. 5), la

densidad determinada se denomina densidad del esqueleto (Ec.6). La unidad de densidad en el S.I. es  $\text{kg/m}^3$ .

$$\text{Volumen esqueleto} = V_s + V_{hna} \quad [\text{Ec. 5}]$$

$$\text{Densidad esqueleto } (\rho_{esq}) = \frac{\text{Masa}}{\text{Volumen esqueleto}} \quad [\text{Ec. 6}]$$

**PESO ESPECÍFICO:** es el peso de una unidad de volumen. Representa la fuerza con que la Tierra atrae a un volumen unidad de la misma sustancia considerada. El peso específico tiene unidades de Fuerza/Volumen (Ec.7), según el S.I la unidad del peso específico es  $\text{N/m}^3$ .

$$\text{peso específico } (\gamma) = \frac{\text{peso } (P)}{\text{volumen } (V)} \quad [\text{Ec. 7}]$$

La densidad y el peso específico son magnitudes distintas pero están relacionadas, como se indica en la siguiente expresión (Ec.8):

$$\gamma = \frac{P}{V} = \frac{M \cdot g}{V} = \rho \cdot g \quad [\text{Ec. 8}]$$

donde

g es la aceleración de la gravedad:  $9,81 \text{ m/s}^2$

**PESO ESPECÍFICO RELATIVO (G):** es la relación entre el peso al aire de un determinado volumen de sólido y el peso al aire de un volumen equivalente de agua destilada a una temperatura de  $4^\circ\text{C}$ . Al dividir ambos pesos con las mismas unidades, el peso específico relativo es adimensional. El agua destilada a una temperatura de  $4^\circ\text{C}$  tiene una densidad de  $1,000 \text{ g/cm}^3$ .

**POROSIDAD TOTAL** ( $n_{total}$ ): se determina a partir de la densidad o peso específico real y aparente, mediante la siguiente ecuación (Ec.9):

$$n_{total} = \frac{V_{ha} + V_{hna}}{V_s} = \frac{V_{ha} + V_{hna}}{V_s + V_{ha} + V_{hna}} = \frac{G - G_{ap}}{G} \quad [Ec. 9]$$

**POROSIDAD ABIERTA** ( $n_{abierta}$ ): se determina a partir de la densidad o peso específico del esqueleto y el aparente, mediante la siguiente ecuación (Ec.10):

$$n_{abierta} = \frac{V_{ha}}{V_s} = \frac{V_{ha}}{V_s + V_{ha} + V_{hna}} = \frac{G_{esq} - G_{ap}}{G_{esq}} \quad [Ec. 10]$$

**POROSIDAD CERRADA** ( $n_{cerrada}$ ): se determina matemáticamente como la diferencia entre la porosidad total y la porosidad abierta (Ec.11):

$$n_{cerrada} = n_{total} - n_{abierta} \quad [Ec. 11]$$

## 5. DIAGRAMA DE FLUJO

No aplica.

## 6. DESARROLLO

El picnómetro de helio utiliza el método de desplazamiento de gas para medir el volumen de gas desplazado por la muestra. El principio de esta técnica se basa en relacionar los volúmenes y las presiones de dos compartimentos complementarios entre sí. Uno de los compartimentos es la celda o cámara de medida, donde se coloca la muestra ( $V_{celda}$ ) y el otro, es la cámara de expansión o de referencia con un volumen conocido y calibrado de gas de helio ( $V_{exp}$ ). Ambas cámaras se encuentran comunicadas por una válvula, tal como se muestra en la Figura 2. Se mide la caída de presión producida del gas He desde la cámara de medida hasta la descarga en la segunda cámara. Esta caída de presión es proporcional al volumen de la muestra en estudio.

Se utiliza helio por ser un gas inerte que no interactúa con las partículas de la muestra y es capaz de penetrar en los poros más pequeños, por tanto, sólo la fase sólida de la muestra desplaza el gas.

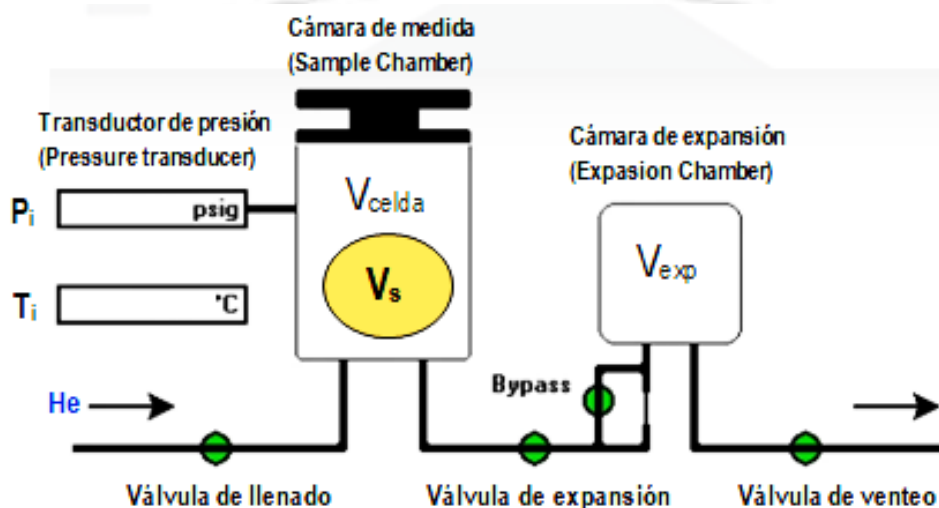


Figura 2. Diagrama de secuencia de análisis en el picnómetro de He.

Las condiciones iniciales en ambas cámaras son presión atmosférica (psig) y temperatura ambiente ( $T_i$ ). La secuencia de análisis que el picnómetro de helio realiza es la siguiente:

Etapas 1: se abre la válvula de llenado, el gas helio entra en la cámara de medida con la muestra en el interior ( $V_s$ ), aumentando la presión dentro la cámara.

Etapas 2: tras un periodo, la presión se estabiliza (velocidad de equilibrado: 0,005 psig/min) y se cierra la válvula de llenado. Se mide la presión alcanzada ( $P_1$ ).

Etapas 3: se abre la válvula de expansión, el gas helio se expande hacia la segunda cámara para la medición de volumen.

Etapas 4: cuando se llega a una situación de equilibrio entre ambas cámaras, se mide la presión ( $P_2$ ).

Etapas 6: se abre la válvula de venteo, saliendo el gas al exterior hasta llegar a la presión atmosférica ( $P_a$ ).

Etapas 7: se cierran todas las válvulas.

El volumen de la muestra se calcula mediante la ecuación de los gases ideales (Ec.12). El equipo repite el análisis hasta que las medidas sucesivas convergen en un valor de volumen. Conociendo la presión inicial, la final y los volúmenes de las cámaras se puede obtener el volumen de la muestra:

$$V_{Muestra} = V_{celda} - \frac{V_{exp}}{\frac{P_1 - P_a}{P_2 - P_a} - 1} \quad [Ec. 12]$$

donde:

$P_1$ : presión del gas dentro de la celda de medida.

$P_2$ : presión existente cuando se conectan las cámaras de medida y expansión.

$P_a$ : presión atmosférica.

Conociendo el volumen y peso de la muestra, se determina la densidad aparente aplicando la expresión que define esta propiedad (Ec.13):

$$densidad (\rho_{ap}) = \frac{masa (M)}{volumen (V)} \quad [Ec. 13]$$

## 6.1 EQUIPOS Y MATERIALES

Todo el material y el equipo utilizado se encuentran descritos en el manual del equipo situado en el armario del LCPM-SAT.

- *DE.LCPM.10 Manual de operación del picnómetro Accupyc 1330*

El manual de este equipo también se encuentra en versión digital con el título:

- *Manual de operación del picnómetro Accupyc 1330*

Además, el material y accesorios necesarios para realizar el procedimiento de análisis estará inventariado y actualizado en el Anexo 1 "Material y accesorios" incluido en el Registro "Ficha técnica e Historial de equipo" (R.02/PG-06).

### 6.1.1 Descripción del equipo picnómetro de helio Accupyc 1330

El picnómetro de helio, de manera esquemática, está compuesto por dos cámaras, un transductor de presión y tres válvulas. El diseño permite mantener una temperatura uniforme en todo el sistema durante el análisis que se puede visualizar en la pantalla de lectura. Además, el cierre en ambas cámaras puede considerarse hermético.

El diagrama de funcionamiento, situado debajo de la pantalla de lectura, indica el estado del sistema (Figura 3). Tiene tres indicadores que corresponden al estado de las válvulas de llenado, expansión y venteo respectivamente. Cada indicador se ilumina cuando la válvula está abierta.

El equipo está conectado a la instalación de suministro de gas helio del Servicio, con un regulador de presión.

Además del análisis, existen otras dos operaciones que realiza de manera automática el equipo: la calibración y la puesta a cero del transductor. Las medidas que se realicen en el equipo deben presentar una reproducibilidad dentro de 0,01% del volumen total de la cámara o del 0,02% del volumen total de la muestra introducida, en estado limpio, seco y en equilibrio térmico. La precisión se encuentra dentro del 0,03% de la lectura + 0,03% del volumen total de la cámara portamuestras.



Figura 3. Picnómetro de helio Accupyc 1330, Micromeritics.

## 6.1.2 Equipos auxiliares

Los equipos auxiliares necesarios y que están disponibles en el laboratorio son:

- Balanza Analítica *Mettler AE200* (nº serie 570043).

- Incubador *Heraeus* (*nº serie 50042293*).
- Desecador de vacío
- Impresora *EPSON EPL-6200*

### 6.1.3 Materiales

- **Sistema de gas comprimido**

El requisito del picnómetro es un depósito de helio de calidad certificada, a la presión descrita por el fabricante. El picnómetro usa helio con una pureza de al menos 99,99%. El suministro de helio debe:

- Tener una presión mínima de 13,79 bar; 1379 kPa (200 psig)
- Tener un regulador en el rango 1,034 – 1,586 bar; 103,4 – 158,6 kPa (15-23 psig)

## 6.2 CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS

El equipo permite el análisis de muestras de una gran variedad de materiales en formas muy diversas, tales como polvo fino, grano, pellets o fibras que deben estar libres de humedad. Admitiendo, incluso, ciertos materiales semisólidos. Pero no permite introducir líquidos, semisólidos sin consistencia o muestras en polvo muy volátiles ya que obstruyen los conductos del equipo.

Cuando se toma una muestra para llevar a cabo la medición, es de máxima importancia tener la seguridad de que la muestra que se va a utilizar sea representativa de la muestra total.

La celda portamuestras debe ser de un tamaño adecuado a la cantidad de muestra a medir, ya que es necesario que la muestra rellene entre un 60-70% de la cámara con objeto de minimizar errores de medida. Por este motivo, se dispone de celdas portamuestras de 1; 3,5 y 10 cm<sup>3</sup> de volumen.



### 6.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS



La preparación de muestras deberá ser llevada a cabo por el personal del Servicio como tratamiento previo al análisis de la muestra en el equipo.

Se trata de un método no destructivo. En general, las muestras no necesitan un pretratamiento específico, únicamente tener los tamaños o cantidad adecuada para los portamuestras. Si se determina que las muestras pueden tener humedad, se realiza un secado en estufa para eliminar el agua higroscópica ya que ésta produce una disminución relativa del valor del peso específico, puesto que el helio no penetra en los poros ocupados por agua.

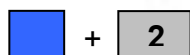
En caso de necesidad de un tratamiento previo de la muestra, se dejará constancia en el registro "Entrada y salida de muestras del LCPM-SAT" (R.01/PO-LCPM-SAT) en el momento de la recepción de la misma.

### 6.4 CONDICIONES DE USO DEL EQUIPO Y PROGRAMA DE ANÁLISIS

Antes de cargar una muestra para el análisis se deberá verificar los siguientes puntos:

- Controlar que la temperatura de trabajo sea constante (pantalla del equipo) a lo largo de la secuencia de mediciones.
- Verificar que el regulador de presión de gas He está en torno a 20 y 22 psig (1,4 bar; 140 kPa).
- Si el equipo está apagado encenderlo 30 minutos antes de empezar a medir.
- Presionar tecla azul + tecla cero:  +  para hacer cero en el transductor de presión si lleva mucho tiempo sin usarse el equipo o ha habido cambios bruscos de presión atmosférica.
- Encender la impresora y comprobar que tiene papel.
- Trabajar siempre con guantes evitando tocar directamente con las manos desnudas los portamuestras y las bolas de calibración, para evitar impregnarlos de grasa ya que afecta a los resultados.

- Para configurar los parámetros de análisis, presionar tecla azul + tecla 2 (*config*):



- El transductor se ajusta automáticamente a cero en cada análisis o calibración.

Los parámetros de análisis se detallan a continuación (Tabla 1):

Tabla 1. Parámetros de análisis del picnómetro de helio.

Parámetros	Especificaciones
Nº de ciclos de análisis:	Máximo 99
Nº de ciclos de purga (limpian la muestra):	Máximo 99 Es necesario eliminar los gases que se encuentren en el interior de los poros de la muestra mediante purga con Helio. El número de purgas previas al análisis debe ser suficiente para expulsar todos los componentes volátiles del interior de los poros.
Presiones de purga y análisis:	19,5 psig (134,45 kPa ; 1,34 bar)
Velocidad de equilibrado:	0,005 psig/min
Uso del modo "precision run":	Tiene dos opciones: <ul style="list-style-type: none"> <li>- "No" indica que hará todos los ciclos de análisis.</li> <li>- "Si" se realizan 5 medidas dentro de la tolerancia especificada.</li> </ul>

## 6.5 REALIZACIÓN DEL ANÁLISIS

1. Seleccionar el portamuestra que más se ajuste al tamaño y cantidad de muestra. Que cubra el 60-70 %, nunca llenar del todo puesto que contaminaría la tapa del portamuestra y hay riesgo de transferencia hacia los conductos del equipo sobre todo al trabajar con muestras en polvo.

**IMPORTANTE:** hay tres tamaños de portamuestras: 10 cc (nominal), 3.5 cc y 1 cc. El portamuestra de 3.5 cc y 1 cc tienen tapa y no deben intercambiarse. La tapa que corresponde al portamuestra de 1 cc tiene un punto negro que la diferencia de la otra (al lavar la tapa comprobar que no se borra el punto, retocarlo con un rotulador permanente).

MANEJO DEL PICNÓMETRO DE HELIO ACCUPYC 1330

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-05

Rev.: 01

Página 14 de 21

2. Pesar la muestra antes del análisis, registrar su peso e introducirla en la celda portamuestras del picnómetro.
3. Introducir el portamuestra en la cámara de muestra y cerrar la cámara.

En general se mantiene la configuración estándar que presenta por defecto el equipo:

- Nº de ciclos de análisis: 5
- Nº de ciclos de purga: 10
- Presiones de purga y análisis: 19,5 psig.
- Velocidad de equilibrado: 0,005 psig/mín.
- Uso del modo "precision run": Sí
- Porcentaje fondo de escala: 0,05%

4. Guardar los parámetros pulsando la tecla "save".

En caso de cambiar la configuración de los parámetros de análisis (Figura 4), pulsar "tecla azul" + "tecla nº2" (*config*) + ENTER.



Figura 4. Teclado del picnómetro de helio Accupyc 1330.

**IMPORTANTE:**

- El nº mínimo recomendado de ciclos de purga: 10

- *Para muestras no conocidas o muy pulverulentas: 20*
  - *Para muestras muy porosas (tipo zeolitas, etc.): 30*
5. Para empezar el análisis pulsar tecla azul + tecla nº4 (*analice*).
  6. Indicar el ID de la muestra, *Sample ID*, se refiere al nombre o referencia + ENTER
  7. Introducir el peso de la muestra, *Sample weight* + ENTER
  8. Seleccionar el *Chamber*, se refiere al tamaño del portamuestra (10 cc, 3,5 cc ó 1 cc).  
Puede ir cambiándose con la tecla Choice.

**IMPORTANTE:** *None se refiere al portamuestra de 10 cc.*

9. Presionar ENTER para comenzar el análisis

Comprobar que la presión aumenta bien hasta 19,5 psig. Si no es así, comprobar la presión del manómetro de gas He (junto al equipo), puede que no haya gas o no esté abierto suficientemente.

10. Al finalizar el análisis el equipo emite tres pitidos y sale impreso el informe de manera automática.
  - Se puede imprimir informes parciales durante el análisis, presionar tecla azul + tecla nº6 (*imprima*).
  - Si se desea más de una copia del informe presionar tecla azul+ tecla nº6 (*imprima*).
11. Retirar el portamuestra con la muestra y cerrar bien la cámara de muestra.
12. Lavar el portamuestra y la tapa si la tiene. Primero con agua destilada y luego con alcohol. Si están muy sucios ponerlos cinco minutos en baño de ultrasonidos. Secar bien.

Para ver mensajes de error tras el análisis presionar tecla CHOICE.

13. Apagar el equipo, pulsar el interruptor que se encuentra detrás del equipo y cerrar el regulador de helio.





## 6.6 CALIBRACIÓN/VERIFICACIÓN DEL EQUIPO

### 6.6.1 Paso previo a la calibración

Para comprobar si necesita calibración, ejecutar un análisis de volumen con el portamuestra de 10 cc (none) vacío y para 5 ó 6 procedimientos. El valor medido tiene que estar dentro de  $\pm 0,05\%$  del valor nominal, en caso contrario calibrar el equipo.

**IMPORTANTE:** *la frecuencia de calibración es cada 6 meses aproximadamente y en función de la frecuencia de uso. Se llevará un control de los informes de calibración y verificación, en el Registro "Calibración/ Verificación del Picnómetro de Helio", referencia R.03/IT-LCPM-05, en soporte papel y se guardará en la carpeta asignada para tal fin en el armario de LPCM. Además de anotar en su correspondiente "Ficha técnica e Historial de equipo" (R.02/PG-06).*

### 6.6.2 CALIBRACIÓN

- 1) Verificar los parámetros de análisis de calibración, pulsar  +  (config)
  - Condiciones de análisis: 10
  - Número de ciclos de análisis: 10
  - Número ciclos de purga: 10
  - Presiones de purga y análisis: 19,5 psig.
  - Velocidad de equilibrado: 0,005 psig/min
  - Uso del modo "precision run": NO
- 2) Pulsar save.
- 3) Colocar el portamuestras none vacío pulsar  +  (calibre)

- 4) En la pantalla del equipo aparece el siguiente texto: *chamber insert?* Pulsar *choice*, seleccionar *none* + *Enter*.
- 5) En la pantalla del equipo pide el volumen de calibración estándar. Introducir:  
 $V=6,372084$  cc + *Enter*
- 6) Pulsar *Enter* para empezar.
- 7) Al finalizar el equipo avisa con 3 pitidos y se imprime el informe de resultados de calibración para el portamuestras 10 cc (*none*).
- 8) Se repite el procedimiento colocando las 2 bolas (kit de calibración) en el interior del portamuestras *none*.
- 9) Realizar el mismo procedimiento con el portamuestras de 3,5 cc; primero vacío y luego con 1 bola grande.
- 10) Realizar el mismo procedimiento con el portamuestras de 1,0 cc; primero vacío y luego con 1 bola pequeña.
- 11) Comprobar los resultados del informe de calibración (Figura 5) con los valores óptimos de trabajo especificados a continuación:

#### Volúmenes Estándar de Calibración de las esferas:

- Nominal: 6,372084 cc
- *Insert* 3.5 cc: 2,426197 cc
- *Insert* 1 cc: 0,718541 cc

#### Límites de tolerancia:

- Nominal: 6,367172 – 6,376995 cc
- *Insert* 3.5 cc: 2,422469 – 2,429925 cc
- *Insert* 1 cc: 0,715325 – 0,721757 cc

**Nota:** cuando el equipo es calibrado, el volumen de la cámara de medida y la de expansión son automáticamente actualizados.

MANEJO DEL PICNÓMETRO DE HELIO ACCUPYC 1330

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-05

Rev.: 01

Página 18 de 21

AccuPyc 1330 V2.04N Numero de Serie: 0 Reporte de Densidad y Volumen					
ID Muestra:					
Peso Muestra:	0.0000 g		Comenzado:	18/07/16 17:18:54	
Temperatura:	30.1 C		Completado:	18/07/16 17:31:00	
Numero de Purgas:	5		Velocidad de Equil:	0.0050 psig/min	
Volumen Celda:	5.8899 cm3		Volumen Expansion:	9.2883 cm3	
Chamber Insert:	3.5 cm3		Calibration Factor:	1.000552	
Proc#	Volumen cm3	Desviacion cm3	Densidad g/cm3	Desviacion g/cm3	Duracion (h:m:s)
1	2.4324	-0.0014	0.0000	0.0000	0:04:59
2	2.4339	0.0001	0.0000	0.0000	0:06:47
3	2.4339	0.0000	0.0000	0.0000	0:08:34
4	2.4342	0.0004	0.0000	0.0000	0:10:12
5	2.4347	0.0009	0.0000	0.0000	0:11:58
Volumen Promedio:		2.4338 cm3	Desviacion Standard:		0.0009 cm3
Densidad Promedio:		0.0000 g/cm3	Desviacion Standard:		0.0000 g/cm3

Figura 5. Ejemplo de informe de calibración.

### 6.6.3 VERIFICACIÓN DE FUNCIONAMIENTO

Se puede realizar un análisis de verificación con el portamuestra *none* (10 cc) y las dos bolas introducidas en su interior, pulsar “botón azul” + “botón 4” (*analice*) y debe coincidir el volumen de calibración estándar  $V=6,372084$  cc o bien dentro de los límites de tolerancia. Esta operación es muy útil para descartar posibles fugas en el equipo y que tanto el llenado como la evacuación del helio se realizan correctamente.

**IMPORTANTE:** la desviación estándar del volumen de la cámara de muestra y de expansión no debe ser superior a 0,0030 cc (portamuestra *none*).

Volumen promedio medido:

$$V_{\min} < V < V_{\max}$$

$$V_{\min} = V_R * (1 - 0,003) - V_N * (0,0003)$$

$$V_{\max} = V_R * (1 + 0,003) + V_N * (0,0003)$$

donde

$V_R$ : volumen del estándar de referencia ( $\text{cm}^3$ )

MANEJO DEL PICNÓMETRO DE HELIO ACCUPYC 1330

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-05

Rev.: 01

Página 19 de 21

$V_N$ : volumen nominal de la unidad ( $\text{cm}^3$ )

A continuación se muestra un ejemplo del informe de verificación (Figura 6):

AccuPyc 1330 V2.04N					
Numero de Serie: 0					
Reporte de Densidad y Volumen					
ID Muestra:					
Peso Muestra:	0.0000 g		Comenzado:	14/02/17	12:08:55
Temperatura:	21.5 C		Completado:	14/02/17	12:21:12
Numero de Purgas:	5		Velocidad de Equil:	0.0050 psig/min	
Volumen Celda:	12.0508 $\text{cm}^3$		Volumen Expansion:	9.2988 $\text{cm}^3$	
Chamber Insert:	None				
Proc#	Volumen $\text{cm}^3$	Desviacion $\text{cm}^3$	Densidad $\text{g}/\text{cm}^3$	Desviacion $\text{g}/\text{cm}^3$	Duracion (h:m:s)
1	6.3719	-0.0008	0.0000	0.0000	0:05:11
2	6.3728	0.0001	0.0000	0.0000	0:06:54
3	6.3733	0.0006	0.0000	0.0000	0:08:36
4	6.3724	-0.0003	0.0000	0.0000	0:10:24
5	6.3732	0.0005	0.0000	0.0000	0:12:09
Volumen Promedio: 6.3727 $\text{cm}^3$			Desviacion Standard: 0.0006 $\text{cm}^3$		
Densidad Promedio: 0.0000 $\text{g}/\text{cm}^3$			Desviacion Standard: 0.0000 $\text{g}/\text{cm}^3$		

Figura 6. Ejemplo de informe de verificación.

## 6.7 INFORME FINAL

El informe de picnometría de helio incluye:

- Identificación de la muestra.
- Fecha del análisis y nombre del operario que lo realizó.
- Tiempo de duración del análisis.
- Temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ ).
- Peso de muestra inicial (gramos).
- Portamuestra utilizado para el análisis.
- Número de purgas y número de determinaciones.
- Volumen de la cámara de medida y de expansión calibradas.
- Velocidad de equilibrado.



- Volumen promedio de la muestra medido por el picnómetro y la desviación estándar.
- Densidad promedio de la muestra medido por el picnómetro y la desviación estándar.

Los problemas detectados durante el análisis de la muestra por porosimetría de Hg deberán ser registrados por el Personal del Servicio en el “Libro de Incidencias” (R.10/PG.07) y en la “Ficha Técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06), indicando si es necesaria la reparación del equipo por parte del Servicio Técnico.

El equipo imprime de manera automática el informe, se deberá escanear y será enviado al usuario por correo electrónico dejando constancia de la realización del análisis y del envío del informe en el registro “Análisis de muestras del LCPM y del SAT” (R.02/PO LCPM-SAT). Y además, el informe impreso se guardará en la carpeta destinada para tal fin, anotándolo en el Registro “Resultados de análisis del Picnómetro de Helio” (R.01/IT-LCPM-05).

## 6.8 MANTENIMIENTO DEL EQUIPO

- Engrasar la tapa de cierre (aplicar una capa muy fina) y limpiarla. Este proceso debe realizarse de forma periódica. Esta periodicidad dependerá de la frecuencia de uso del equipo.
- Cambio de la junta tórica de la tapa de cierre cuando sea necesario.
- Limpieza del exterior del equipo.

## 6.9 NORMATIVA

A continuación se recogen algunas de las normas existentes relacionadas con los ensayos de picnometría de gases.

- Norma UNE 103302:1994: Determinación de la densidad relativa de las partículas de un suelo.
- Norma UNE-EN 1936:2007. Métodos de ensayo para piedra natural. Determinación de la densidad real y aparente y de la porosidad abierta y total.
- ASTM D-5550-06: *Standard test method for specific gravity of soil solids by gas pycnometer.*

MANEJO DEL PICNÓMETRO DE HELIO ACCUPYC 1330

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-05

Rev.: 01

Página 21 de 21

- ASTM D-854-92: *Standard Test Method for Specific Gravity of Soils.*
- ASTM D-653-90: *Standard Terminology Relating to Soil, Rock and Contained Fluids.*
- ASTM C-604-98: *Standard Test Method for True Specific Gravity of Refractory Materials by Gas-Comparison Pycnometer.*
- ASTM D-5965-96: *Standard Test Methods for Specific Gravity of Coating Powders.*
- ASTM D-4892-89: *Standard Test Method for Density of Solid Pitch (Helium Pycnometer Method).*

## 7. REGISTROS / ANEXOS

Registro/Anexo	Código	Responsable archivo	Soporte	Tiempo conservación
Protocolo de uso del Picnómetro de Helio	Anexo 1	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años
Resultados de análisis del Picnómetro de Helio	R.01/IT-LCPM-05	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años
Uso del Picnómetro de Helio	R.02/IT-LCPM-05	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años
Calibración/ Verificación del Picnómetro de Helio	R.03/IT-LCPM-05	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años
Formación del técnico/becario para uso del Picnómetro de Helio	R.04/IT-LCPM-05	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años

## ANEXO I: PROTOCOLO DE USO DEL PICNÓMETRO DE HELIO

### Cuestiones previas

- ✓ Controlar que la temperatura de trabajo sea constante (pantalla del equipo) a lo largo de la secuencia de mediciones.
- ✓ Verificar que la presión del regulador de gas He está en torno 1,4 bar.
- ✓ Si el equipo está apagado encenderlo 30 minutos antes de empezar a medir.
- ✓ Presionar tecla azul + tecla cero para hacer cero en el transductor de presión si lleva mucho tiempo sin usarse el equipo o han habido cambios bruscos de presión atmosférica.
- ✓ Encender la impresora y comprobar que tiene papel.
- ✓ Trabajar siempre con guantes evitando tocar directamente con las manos desnudas los portamuestras y las bolas de calibración.

### Protocolo de medida

1. Seleccionar el portamuestra que más se ajuste al tamaño y cantidad de muestra. Que cubra el 60-70 %, nunca llenar del todo puesto que contaminaría la tapa del portamuestra y hay riesgo de transferencia hacia los conductos del equipo sobre todo al trabajar con muestras en polvo.

**IMPORTANTE:** hay tres tamaños de portamuestras: 10 cc (nominal), 3.5 cc y 1 cc. El portamuestra de 3.5 cc y 1 cc tienen tapa y no deben intercambiarse. La tapa que corresponde al portamuestra de 1 cc tiene un punto negro que la diferencia de la otra (al lavar la tapa comprobar que no se borra el punto, retocarlo con un rotulador permanente).

El equipo analiza sólidos o semisólidos. Nunca introducir líquidos, semisólidos sin consistencia o muestras en polvo muy volátiles ya que obstruyen los conductos del equipo.

2. Pesar la muestra.
3. Introducir el portamuestra en la cámara de muestra y cerrar la cámara.
4. En general se mantiene la configuración estándar que presenta por defecto el equipo:
  - Nº de ciclos de análisis: 5
  - Nº de ciclos de purga: 10
  - Presiones de purga y análisis: 19,5 psig.
  - Velocidad de equilibrado: 0,005 psig/mín.
  - Uso del modo "precision run": Sí
  - Porcentaje fondo de escala: 0,05%

5. Guardar los parámetros pulsando la tecla "save".

En caso de cambiar la configuración de los parámetros de análisis, pulsar "tecla azul" + "tecla n°2" + ENTER.

**Nota:**

*El nº mínimo recomendado de ciclos de purga: 10  
Para muestras no conocidas o muy pulverulentas: 20  
Para muestras muy porosas (tipo zeolitas, etc.): 30*

MANEJO DEL PICNÓMETRO DE HELIO ACCUPYC 1330

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-05

Rev.: 01

Página 2 de 3

6. Para empezar el análisis pulsar techa azul + tecla nº4 (*analice*).
7. Indicar el ID de la muestra, *Sample ID* (se refiere al nombre o referencia) + ENTER
8. Introducir el peso de la muestra + ENTER
9. Seleccionar el *Chamber*, se refiere al tamaño del portamuestra (10 cc, 3,5 cc ó 1 cc). Puede ir cambiándose con la tecla *Choice*.

**Nota:** *None* se refiere al portamuestra de 10 cc.

10. Presionar ENTER
  - ✓ Comprobar que la presión aumenta bien hasta 19,5 psig. Si no es así, comprobar la presión del manómetro de gas He (junto al equipo), puede que no haya gas o no esté abierto suficientemente.
  - ✓ Al finalizar el análisis el equipo emite tres pitidos y sale impreso el informe. Si se desea una segunda copia presionar tecla azul+ tecla nº6 (imprima).
11. Retirar el portamuestra con la muestra y cerrar bien la cámara de muestra.
12. Lavar el portamuestra y la tapa si la tiene. Primero con agua destilada y luego con alcohol. Si están muy sucios ponerlos cinco minutos en baño de ultrasonidos. Secar bien.

Para ver mensajes de error tras el análisis presionar tecla *CHOICE*.



### Paso previo a la calibración

Comprobar si necesita calibración. Hacer un primer análisis de volumen con el *none* (vacío) para 5 ó 6 procedimientos.

El valor medido tiene que estar dentro de  $\pm 0,05\%$  del valor nominal, en caso contrario calibrar el equipo.

### Calibración

**Nota:** frecuencia cada 6 meses, si no se detecta ningún error de medidas.

1. Verificar los parámetros de análisis de calibración, pulsar *tecla azul + tecla 2 (config)*:
  - Condiciones de análisis: 10
  - Número de ciclos de análisis: 10
  - Número ciclos de purga: 10
  - Presiones de purga y análisis: 19,5 psig.
  - Velocidad de equilibrado: 0,005 psig/min
  - Uso del modo " precision run ": No
2. Pulsar *save*
3. Colocar el portamuestras *none* vacío y pulsar tecla  +  (*calibre*)
4. En la pantalla del equipo aparece el siguiente texto: *chamber insert?* Pulsar *choice*, seleccionar *none + Enter*.
5. Introducir el dato de volumen de calibración estándar. Añadir  $V=6,372084$  cc + *Enter*
6. Pulsar *Enter* para empezar.
7. Al finalizar el equipo avisa con 3 pitidos y se imprime el informe de resultados de calibración para el portamuestras 10cc (*none*).

MANEJO DEL PICNÓMETRO DE HELIO ACCUPYC 1330

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-05

Rev.: 01

Página 3 de 3

8. Se repite el procedimiento colocando las 2 bolas (kit de calibración) en el interior del portamuestras *none*.
9. Realizar el mismo procedimiento con el portamuestras de 3,5 cc; primero vacío y luego con 1 bola grande.
10. Realizar el mismo procedimiento con el portamuestras de 1,0 cc; primero vacío y luego con 1 bola pequeña.
11. Comprobar los resultados del informe de calibración con los valores óptimos de trabajo especificados a continuación:

Volúmenes Estándar de Calibración:

- Nominal: 6,372084 cc
- *Insert 3,5 cc*: 2,426197 cc
- *Insert 1 cc*: 0,718541 cc

Límites de tolerancia:

- Nominal: 6,367172 – 6,376995 cc
- *Insert 3,5 cc*: 2,422469 – 2,429925 cc
- *Insert 1 cc*: 0,715325 – 0,721757 cc

Se puede realizar un **análisis de verificación** con el portamuestra *none* y las dos bolas introducidas en su interior, pulsar “botón azul” + “botón 4” (*analice*) y debe coincidir el volumen de calibración estándar  $V=6,372084$  cc o bien dentro de los límites de tolerancia.

**IMPORTANTE:** *la desviación estándar del volumen de la cámara de muestra y de expansión no debe ser superior a 0,0030 cc (portamuestra none).*

**Mantenimiento del equipo**

- Engrasar la tapa de cierre (aplicar una capa muy fina) y limpiarla. Este proceso debe realizarse de forma periódica.
- Cambio de la junta tórica de la tapa de cierre cuando sea necesario.
- Limpieza exterior del equipo.

**Apagado de equipo**

Apagar el equipo, pulsar el interruptor que se encuentra detrás del equipo y cerrar el regulador de helio.

**Nota:** se realizará una copia impresa del “Protocolo de uso del Picnómetro de Helio” y se colocará al lado del equipo para su consulta.

## MANEJO DEL PICNÓMETRO DE HELIO ACCUPYC 1330

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-05

Rev.: 01

Página 1 de 1

## Registro "Resultados de análisis del Picnómetro de Helio"

Referencia R.01/IT-LCPM-05

Rev.

01

ID	Fecha	Código de Muestra	Usuario	Operador	Resultados	Observaciones

## Registro “Uso del Picnómetro de Helio”

<b>Referencia</b>	R.02/IT-LCPM-05
<b>Rev.</b>	01

ID:		Usuario:	
Fecha:		Operador:	
Código de muestra:		Peso muestra:	
Celda:		Tratamiento:	
Nº purgas:		Nº ciclos	
Tiempo de uso			
Observaciones			

## Registro “Calibración/Verificación del Picnómetro de Helio

<b>Referencia</b>	R.03/IT-LCPM-05
<b>Rev.</b>	01

Calibración	Verificación	Factor de calibración	Volumen estándar	Fecha	Operador	Observaciones
3,5 cc <input type="checkbox"/>	3,5 cc <input type="checkbox"/>					
1 cc <input type="checkbox"/>	1 cc <input type="checkbox"/>					
None <input type="checkbox"/>	None <input type="checkbox"/>					
3,5 cc <input type="checkbox"/>	3,5 cc <input type="checkbox"/>					
1 cc <input type="checkbox"/>	1 cc <input type="checkbox"/>					
None <input type="checkbox"/>	None <input type="checkbox"/>					
3,5 cc <input type="checkbox"/>	3,5 cc <input type="checkbox"/>					
1 cc <input type="checkbox"/>	1 cc <input type="checkbox"/>					
None <input type="checkbox"/>	None <input type="checkbox"/>					
3,5 cc <input type="checkbox"/>	3,5 cc <input type="checkbox"/>					
1 cc <input type="checkbox"/>	1 cc <input type="checkbox"/>					
None <input type="checkbox"/>	None <input type="checkbox"/>					



## Registro “Formación del técnico/becario del LCPM-05”

<b>Referencia</b>	R.04/IT-LCPM-05
<b>Rev.</b>	01

Explicación de las partes del equipo	<input type="checkbox"/>
Explicación de la operación con gases	<input type="checkbox"/>
Explicación del encendido y apagado del equipo	<input type="checkbox"/>
Explicación de los menús del programa	<input type="checkbox"/>
Explicación creación y configuración ficheros de muestra	<input type="checkbox"/>
Explicación creación y usos de las plantillas	<input type="checkbox"/>
Explicación del funcionamiento en modo manual	<input type="checkbox"/>
Explicación generación de informes	<input type="checkbox"/>
Explicación del procedimiento de calibración y verificación	<input type="checkbox"/>
Explicación análisis de muestras y técnicas de desgasificación	<input type="checkbox"/>
Prácticas con muestras reales	<input type="checkbox"/>
Explicación análisis funcionamiento accesorios	<input type="checkbox"/>
Explicación operaciones de mantenimiento preventivo	<input type="checkbox"/>
Explicación y revisión del manual de usuario	<input type="checkbox"/>
Observaciones:	

<b>IMPARTIDO POR</b>	<b>TÉCNICO/BECARIO</b>
<b>Nombre:</b>	<b>Nombre:</b>
Fecha - -20	Fecha - -20
Fdo.:	Fdo.:

# MANEJO DEL MICRODURÓMETRO FISCHERSCOPE H100C XYp

ELABORADO/REVISADO	REVISADO	APROBADO
FECHA:	FECHA:	FECHA:
Firma:	Firma:	Firma:
RESPONSABLE DEL SERVICIO	RESPONSABLE DE CALIDAD	DIRECTOR
Nombre: Enrique González Cabrera	Nombre: Antonio Santos Delgado	Nombre: José Luis Rodríguez Marrero

## MODIFICACIONES A LA EDICIÓN ANTERIOR

--

## CONTROL DE DISTRIBUCIÓN

Destinatario:
Nº de copia controlada:

## 1. OBJETO

Establecer el procedimiento para la utilización del microdurómetro Fischerscope en el análisis de muestras.

## 2. ALCANCE

Este procedimiento debe realizarse cuando se reciban muestras para su análisis en el microdurómetro Fischerscope H100C XYp (Nº de serie SN02000491).

## 3. RESPONSABILIDADES

La utilización del microdurómetro Fischerscope H100C XYp está restringida al personal del Servicio que posea la correspondiente cualificación y que esté recogida en el "Registro de cualificación" (R.03/PG-05).

El seguimiento e implantación de esta instrucción técnica será responsabilidad del Responsable / Técnico / Becario del Servicio:

### RESPONSABLE DEL SERVICIO

Supervisará y comprobará la correcta preparación y medida realizada por el técnico y/o becario del Servicio.

### TÉCNICO DEL SERVICIO

- Recibir, custodiar y mantener en las condiciones adecuadas las muestras de los usuarios que han sido depositadas en el Servicio.
- Conocer el correcto funcionamiento del equipo en la realización de ensayos para la determinación de dureza del material.
- Ejecutar el procedimiento de análisis de muestras para la determinación de la Microdureza Martens (HM), así como realizar el estudio de las propiedades elásticas, plásticas y de deformación de la superficie y capas próximas a la misma, de la muestra cuando se requiera.

MANEJO DEL MICRODURÓMETRO FISCHERSCOPE H100C XYp

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-09

Rev.: 01

Página 3 de 23

- Conocer y utilizar correctamente el software del equipo y otros programas para el tratamiento de los resultados obtenidos.
- Limpieza del material de laboratorio.
- Realizar las tareas de mantenimiento necesarias para el buen funcionamiento del equipo.
- Realizar las tareas de verificación y calibración del equipo en los periodos establecidos descritos en el Registro “Plan de calibración/verificación de equipos” (R.01/PG-06) y anotarlo en el Registro “Ficha técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06).
- Cumplir con las normas de seguridad establecidas en el Servicio.
- Utilizar los equipos de protección de seguridad necesarios.
- Vigilar el equipo durante la realización de este procedimiento. No dejar descuidado el equipo o al menos sin las medidas de seguridad adecuadas.
- Impedir que otras personas manipulen y realicen ensayos con el equipo.
- Informar al Responsable del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Garantizar la confidencialidad de los datos y resultados que se obtengan durante los estudios realizados en el Servicio.

### BECARIO

- Ejecutar el procedimiento de análisis de muestras en el microdurómetro cuando el Técnico del Servicio se lo indique.
- Colaborar en todas las tareas que el Técnico del Servicio le indique.
- Conocer el correcto funcionamiento del equipo que va a utilizar.

- Informar al Técnico del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.

#### 4. DEFINICIONES

**MICRODURÓMETRO:** equipo basado en la medida del desplazamiento de un indentador (punta de diamante-Vickers) bajo una determinada carga, permite obtener información tanto de la dureza como de las propiedades elásticas, plásticas y de deformación de la superficie y capas próximas a la misma de todo tipo de materiales incluyendo compuestos metálicos, orgánicos, plásticos, caucho, etc., necesiándose para ello un área y/o espesor muy reducido del material (Figura 1).

**DUREZA:** se define como la resistencia de un material a la penetración permanente por otro material más duro (indentador) (UNE-EN ISO 14577-1:2015). La medida de dureza de un material depende de parámetros asociados con el método de ensayo y con la geometría del indentador (Brinell, Vickers, Knoop, etc.) por ello, la dureza no es una propiedad intrínseca del material sino que es una respuesta mecánica de un material frente a unas condiciones determinadas.

**ELÁSTICIDAD:** propiedad que permite a un material soportar deformaciones no permanentes (recuperación elástica al punto inicial). El parámetro que se relaciona con la elasticidad es el módulo de Young, que se define como la rigidez de un material o su resistencia a la deformación elástica. Cuanto mayor es el valor del módulo de Young, menor es la elasticidad.

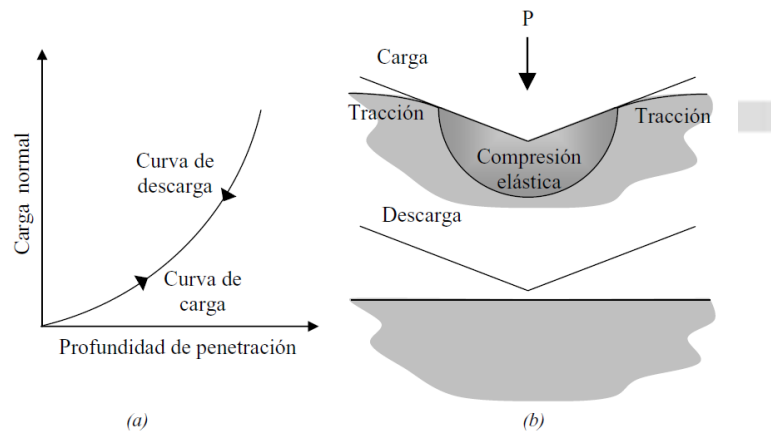


Figura 1. Esquema de la indentación de un material completamente elástico con un diamante piramidal, (a) curva de carga-descarga y (b) efectos de la carga-descarga sobre el material.

**PLASTICIDAD:** propiedad que permite a un material soportar deformaciones permanentes (sin llegar a la rotura). La propiedad de un material que se relaciona con el comportamiento plástico es la **ductilidad** (capacidad de un material para deformarse plásticamente).

La dureza posee ambas componentes, una permanente que corresponde a la deformación observada tras retirar el indentador y otra no permanente, o elástica, que es recuperada tras retirar el indentador (Figura 2).

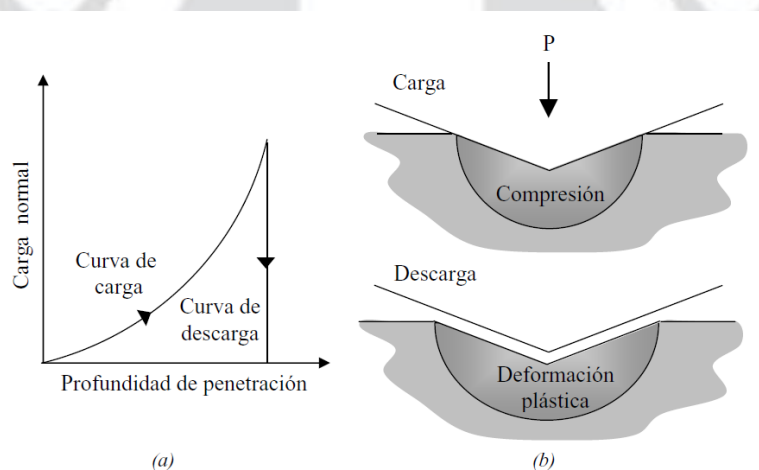


Figura 2. Esquema de la indentación de un material completamente plástico con un diamante piramidal, (a) curva de carga-descarga y (b) efectos de la carga – descarga sobre el material.

**ENSAYO DE DUREZA VICKERS (HV):** el ensayo Vickers es una prueba de dureza por penetración, en la cual se usa un equipo calibrado para aplicar una carga por medio de un penetrador (indentador) piramidal de diamante (Figura 3) sobre la superficie del material

bajo prueba. Los resultados se obtienen después de eliminar la fuerza de ensayo, y por tanto, no se tiene en cuenta la deformación elástica bajo el indentador.

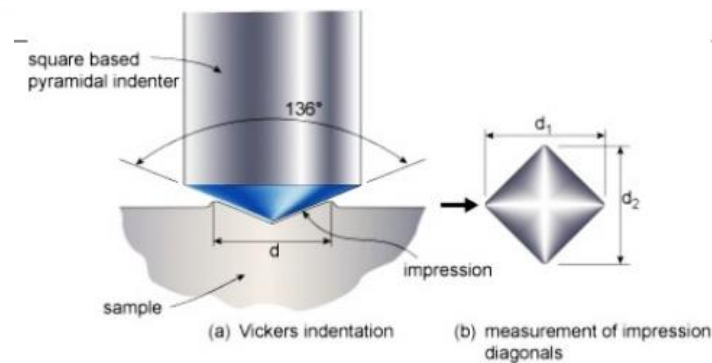


Figura 3. (a) Geometría del indentador Vickers, (b) Medición de la impresión de diagonales.

En la Tabla 1 se muestra los tres rangos diferentes de fuerza de ensayo de dureza Vickers aplicados en materiales metálicos según la Norma Internacional UNE-EN ISO 6507-1:2005.

Tabla 1. Rangos de fuerzas de ensayo de dureza Vickers (UNE-EN ISO 6507-1:2005).

Rangos de la fuerza de ensayo, F (N)	Símbolo de dureza	Designación
$F \geq 49,03$	$\geq HV 5$	Ensayo de dureza Vickers
$1,961 \leq F < 49,03$	de HV 0,2 hasta $< HV 5$	Ensayo de dureza Vickers a baja fuerza
$0,09807 \leq F < 1,961$	de HV 0,01 hasta $< HV 0,2$	Ensayo de microdureza Vickers

## 5. DIAGRAMA DE FLUJO

No aplica.

## 6. DESARROLLO

- **Principio de medición (UNE-EN ISO 14577-1:2015)**

El registro continuo de la fuerza y de la profundidad de penetración permite la determinación de la dureza y de las características de los materiales. Se debe utilizar un penetrador de un material más duro que el material sometido a ensayo. El procedimiento de ensayo puede basarse, bien en una fuerza controlada, o bien en un desplazamiento controlado. Durante el

ensayo se registran la fuerza de ensayo (F), la profundidad de penetración (h) correspondiente, y el tiempo. El conjunto de datos relativos a la fuerza de ensayo y a las profundidades de penetración correspondientes en función del tiempo constituye el resultado del ensayo.

Para que la determinación de la fuerza y de la profundidad de penetración correspondiente sean reproducibles, es preciso fijar el punto cero para la medición de cada ensayo.

Si se miden los efectos que dependen del tiempo:

- Utilizando el método de fuerza controlada, la fuerza de ensayo se mantiene constante durante un tiempo especificado y se mide la evolución de la profundidad de penetración en función del tiempo.
- Utilizando el método de la profundidad de penetración controlada, se mantiene constante la profundidad de penetración durante un tiempo especificado y se mide la modificación de la fuerza de ensayo en función del tiempo durante el que se mantiene la profundidad de penetración.

#### ▪ Ensayo de dureza Vickers (HV)

En este ensayo, se penetra en el material un indentador piramidal de diamante de caras iguales, cuyo vértice corresponde a un ángulo de  $136^\circ$ , para cuya penetración se ejerce una fuerza definida. El valor de la dureza se determina estudiando la huella permanente dejada tras descargar la presión ejercida por el equipo, valor que viene dado por el cociente de la fuerza de la fuerza de ensayo F(N), y el área superficial, A(mm<sup>2</sup>), de esta huella permanente. Para el cálculo del área se miden las dos diagonales de la huella y a partir de esta medida se calcula la superficie con ayuda de la geometría del indentador, partiendo de la hipótesis de que la huella constituye una reproducción geométrica exacta del cuerpo penetrante. Así, el cálculo del valor de la dureza Vickers (HV) se realiza según la Ec.1:

$$\begin{aligned} \text{Dureza Vickers (HV)} &= \text{Constante} \times \frac{\text{Fuerza de ensayo}}{\text{Área de la huella}} = 0,102 \frac{2F \cdot \text{sen} \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \\ &= 0,1891 \frac{F}{d^2} \left( \frac{N}{\text{mm}^2} \right) \quad [\text{Ec. 1}] \end{aligned}$$



donde

$\alpha$  : ángulo entre las caras opuestas en el vértice del indentador piramidal ( $136^\circ$ ).

F: fuerza de ensayo (carga aplicada) (N).

d: media aritmética de las longitudes de las dos diagonales,  $d_1$  y  $d_2$  (mm) de la huella impresa.

Constante =  $0,102 \approx 1/9,80665$ , siendo 9,80665 el factor de conversión de kgf a N.

La designación de la dureza Vickers (HV) se muestra en el ejemplo de la Figura 4:

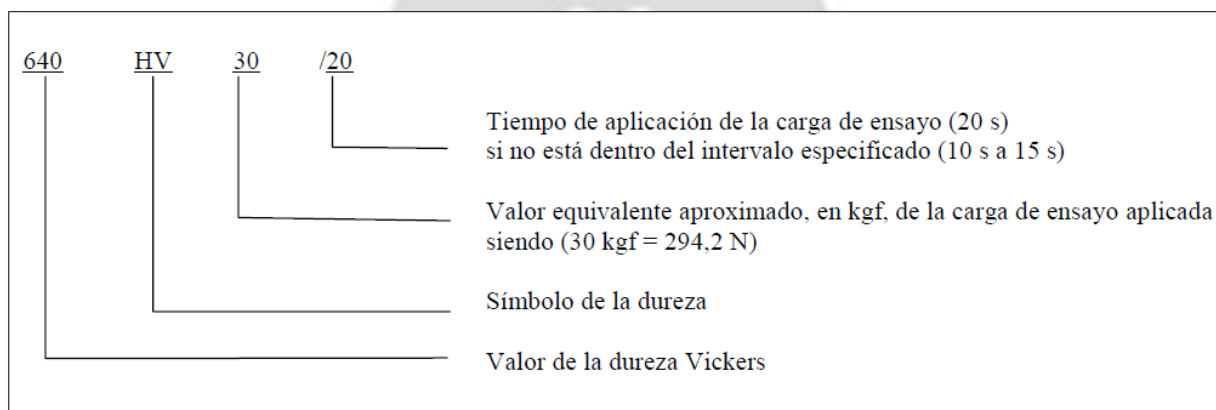


Figura 4. Ejemplo de la designación de la dureza Vickers HV.

La dureza Vickers HV ha de considerarse como una dureza plástica ya que se ha determinado a partir de la huella permanente o residual, es decir sobre la deformación plástica, obtenida en la superficie del material después de la penetración, por lo que se pierde información sobre el comportamiento elástico del material.

#### ▪ Ensayo de Microdureza Martens, HM

El ensayo de microdureza Martens (HM), anteriormente designada como microdureza Universal (HU), se clasifica dentro del grupo de microdureza, donde el rango de cargas aplicadas es del orden de 0,4 - 1000 mN, por lo que el daño a la superficie de la muestra es mínimo e inapreciable macroscópicamente (ensayo no destructivo).

La microdureza Martens tiene en común con la dureza Vickers el cuerpo empleado para la indentación. Sin embargo, el valor de la dureza se define como el cociente entre la fuerza

del ensayo y la superficie de la huella marcada bajo la fuerza activa. Se mide por tanto, la profundidad de indentación ( $h$ ) para cada incremento de carga desde cero hasta la carga final o nominal, y para un ciclo controlado de carga y descarga.

Mediante la medición constante del recorrido de penetración y la carga de ensayo activa en cada momento, se obtiene un diagrama donde se refleja el recorrido de penetración en función de la carga efectiva aplicada en el ensayo, tanto para la carga como para la descarga. El área existente entre las curvas representa el trabajo consumido para la deformación plástica. La curva de descarga depende únicamente de las propiedades elásticas y de la zona cercana a la carga de ensayo máxima, de esta manera, se obtiene el módulo de Young (o módulo de elasticidad), cuyo valor es la pendiente de la curva de descarga (Figura 5).

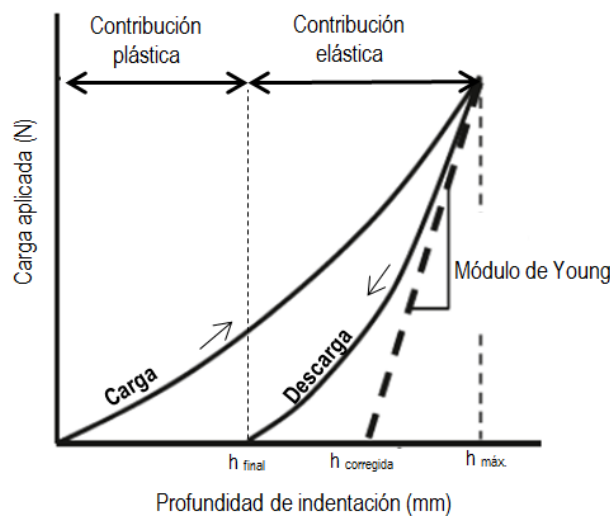


Figura 5. Curva característica del ensayo de microdureza Martens.

Además, este método permite obtener información sobre el comportamiento elástico del material ya que la medida de la dureza se realiza mientras el indentador está presionado sobre la muestra por lo que no hay posibilidad de recuperación elástica y por tanto, de pérdida de información. Por otro lado, el método no está sujeto a la medida subjetiva del área de la huella como ocurre con el método de dureza Vickers, ya que la profundidad de penetración es registrada automáticamente.

El cálculo de la microdureza se realiza según la Ec.2, en la que el área de la huella viene dada en función de la profundidad de indentación, y tiene en cuenta la geometría del indentador. El valor se obtiene de la carga máxima aplicada donde la profundidad es  $h_{m\acute{a}x}$ .

$$HM = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,43 \cdot h_{m\acute{a}x}^2} \left( \frac{N}{mm^2} \right) \quad [Ec. 2]$$

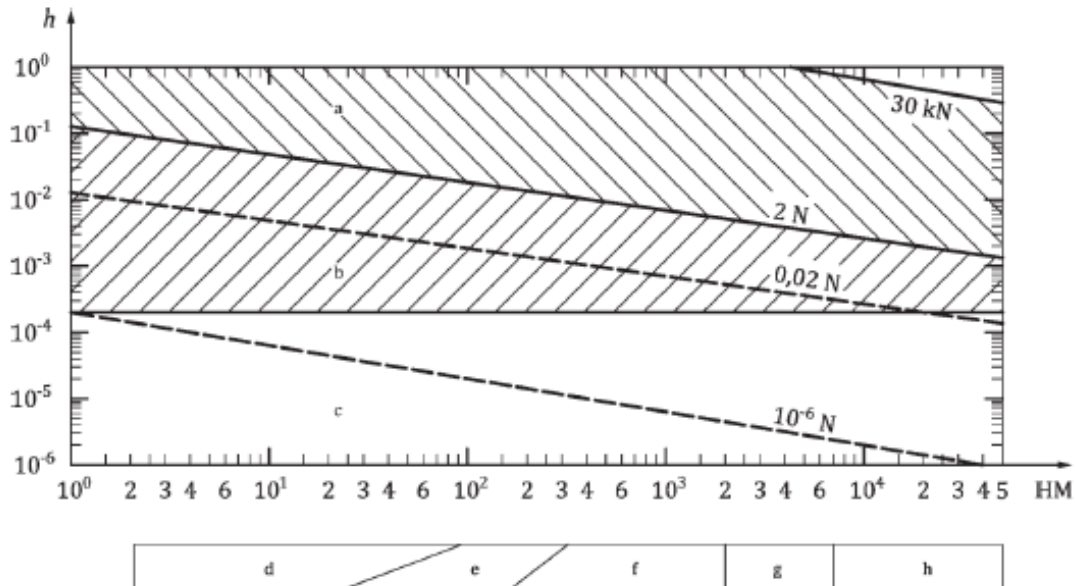
El valor de la componente plástica de la dureza (Ec.3) se calcula según la misma expresión pero en función de la profundidad de indentación corregida,  $h_{corr}$ .

$$HM_{pl\acute{a}stica} = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,43 \cdot h_{corr}^2} \left( \frac{N}{mm^2} \right) \quad [Ec. 3]$$

El valor del porcentaje de trabajo elástico se calcula a partir de la Ec.4:

$$W_e = \frac{h_{m\acute{a}x} - h_{final}}{h_{m\acute{a}x}} \times 100\% \quad [Ec. 4]$$

En general, la diferencia entre la Dureza Vickers convencional (HV) y la Dureza Martens (HM) es función de la magnitud de la componente elástica de la deformación total, la cual depende del módulo de elasticidad y del límite elástico del material de la muestra. Por otra parte, este segundo método trabaja con cargas aplicadas mucho más pequeñas (mN), con lo cual la dureza corresponde a un volumen de material más reducido, por lo que toman importancia los fenómenos de superficie: tensiones superficiales, rugosidad, homogeneidad de las fases presentes, etc. En la Figura 6 se indica el campo de aplicación de la dureza Martens, según la Norma Internacional UNE-EN ISO 14577-1:2015.



Leyenda

a	Macro intervalo	e	Materiales plásticos
b	Micro-intervalo	f	Materiales no féreos
c	Nano-intervalo	g	Acero
d	Caucho	h	Carburos, materiales cerámicos

Figura 6. Correlación entre la dureza Martens, la profundidad de penetración y la fuerza de ensayo (UNE-EN ISO 14577-1:2015). HM se facilita en megapascales.

▪ **Etapas de medida en el microdurómetro**

El sistema de medida consta de las siguientes etapas: inicialmente se aproxima el extremo del penetrador Vickers hasta la superficie de la muestra, a una velocidad controlada hasta que detecta el instante inicial de contacto; a partir de este punto se aplican fuerzas de intensidad creciente haciendo entrar el penetrador dentro de la superficie de la muestra. Simultáneamente, se mide la profundidad de penetración del extremo del indentador, tomando como referencia su posición en el instante inicial de contacto. Finalmente, se retira de forma gradual la carga aplicada, controlando la recuperación de la deformación producida en el material.

El penetrador está sujetado con fijaciones elásticas a un eje móvil, el cual se desplaza verticalmente accionado por un elemento piezoeléctrico. Dos transductores de desplazamiento, de tipo inductivo, miden la posición del penetrador respecto a la muestra y respecto al eje móvil. En el momento de contacto, la señal obtenida por el primer transductor

sirve para medir la penetración del indentador en la superficie de la muestra, mientras que la señal obtenida por el segundo transductor sirve para medir la fuerza que ejerce el penetrador sobre la muestra.

## 6.1 EQUIPOS Y MATERIALES

Todo el material y el equipo utilizado se encuentran descritos en el manual del equipo situado en el armario del LCPM-SAT.

*DE.LCPM.24 Operating Instructions Microhardness Measurement System, Fischerscope H100C.*

## 6.2 CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS

El ensayo se debe llevar a cabo sobre una superficie lisa y uniforme, libre de oxidación, materias extrañas y, en particular, completamente libre de fluidos o de lubricante, salvo que sea esencial para la realización del ensayo y sea especificado en la solicitud por parte del usuario. La muestra debe ser plana por ambas caras para que la perforación sea precisa.

En general, siempre que la superficie esté libre de contaminación superficial, debería evitarse los procedimientos de limpieza. Si la limpieza fuera necesaria, se debe limitar a los siguientes métodos para minimizar daños:

- La aplicación de una corriente filtrada de gas seco
- Enjuagar con un disolvente (que sea químicamente inerte con respecto a la muestra) y luego secar

***IMPORTANTE:*** *los métodos por ultrasonidos son conocidos por crear o aumentar el daño a las superficies y revestimientos y únicamente deberían utilizarse con precaución.*

Recomendación de UNE-EN ISO 14577-1:2015: conviene que el espesor de la muestra sea, al menos 10x la profundidad de penetración o 3x el diámetro de la huella, el valor que sea más grande. En caso de ensayos sobre recubrimientos, el espesor del recubrimiento debería considerarse como el espesor de la muestras, *(los límites anteriores se han*

*establecido empíricamente, dichos límites dependerán de la geometría del penetrador utilizado y de las características de los materiales de la muestra y del apoyo).*

### 6.3 CARACTERÍSTICAS DEL EQUIPO

El sistema de medida se compone de una unidad generadora de carga acoplada a un ordenador para la programación y adquisición automática de los datos. El equipo está controlado por el software V1.9 WIN-HCU instalado en el ordenador. Permite trabajar con valores de carga aplicada desde 0,4 mN hasta 1000 mN, siendo la velocidad de aproximación del cabezal sobre la muestra de 1  $\mu\text{m/s}$ , (Figura 7).

El microdurómetro Fischerscope H100C XYp consta de los siguientes elementos:

Teclado HCU: utilizado para el control de la medición, incluye un *joystick* (palanca de mando) para seleccionar los puntos de medida.

Cabezal de medida: se compone del indentador, la unidad de generación de carga y el sistema de medición de desplazamiento del indentador para medir la profundidad de penetración (con un error de  $\pm 2$  nm). También incluye un sensor para medir la temperatura de la muestra.

Penetrador o indentador estándar Vickers: el penetrador consiste en una punta de diamante tallada en forma de pirámide vertical de base cuadrada, (Figura 3). El ángulo formado por dos caras opuestas debe ser de  $136^{\circ} \pm 0,5^{\circ}$ .

- Características de la superficie del penetrador: las caras del penetrador deben ser lisas y exentas de fisuras u otras imperfecciones o defectos. El diamante debe ser examinado periódicamente. Cualquier sustancia extraña debe ser eliminada. Si está fisurado, escamado o aflojado de su soporte, el penetrador debe reemplazarse.

Microscopio: el equipo dispone de un microscopio epi-iluminador de medición digital con sistema de control externo, con tres objetivos seleccionables de 20x, 200x y 400x de aumento.

Sistema antivibratorio: este equipo requiere trabajar sobre un sistema antivibratorio, ya que las vibraciones representan una fuente de error, y su efecto es más evidente con cargas pequeñas, haciendo inviable la medida de las fuerzas y de las posiciones con la resolución necesaria. En general, se obtienen menores valores de dureza si existen vibraciones. Además, el equipo debe estar protegido de las corrientes de aire y de las fluctuaciones de temperatura que puedan influir significativamente en los resultados.

En la Figura 7 y Tabla 2 se describen los principales componentes del microdurómetro y sus respectivas especificaciones.

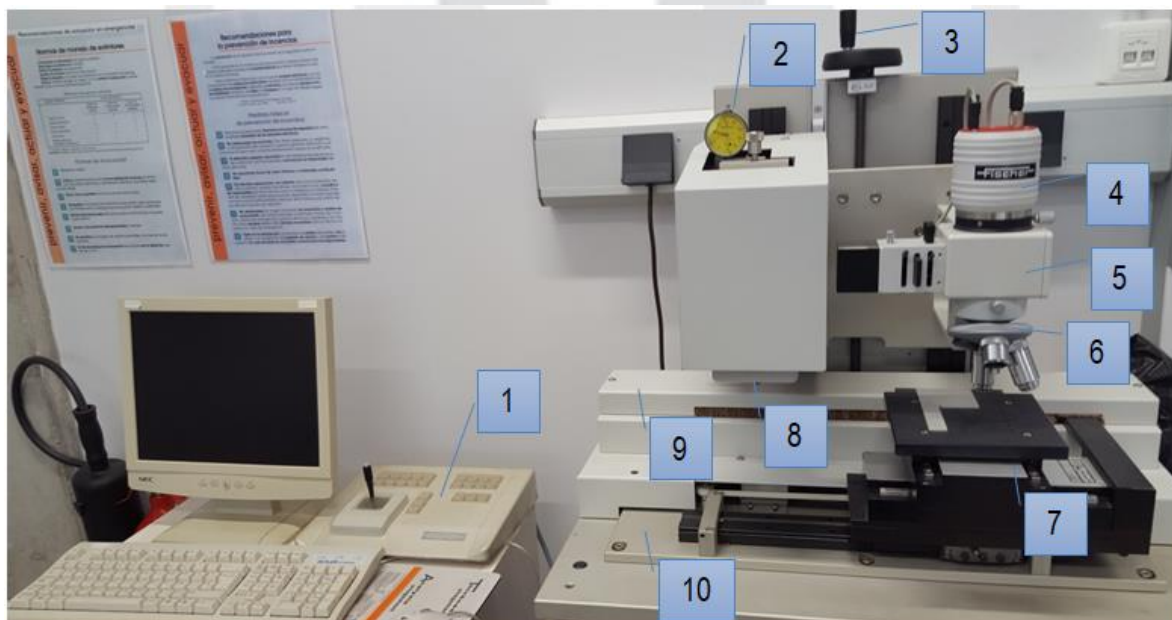


Figura 7. Principales componentes del microdurómetro del LCPM.

Tabla 2. Especificaciones de los principales componentes del microdurómetro.

Componente	Especificación
1	Teclado de control de la plataforma de medida (HCU keyboard), usado para el control de la etapa de medición, cabezal de medición y algunas secuencias de programa (para las etapas de medición programable)
2	Calibrador de medición, proporciona la distancia al plano
3	Manivela para el ajuste de altura del plano de medición y para enfocar la muestra
4	Microscopio epi iluminador - video cámara

Componente	Especificación
5	Epi iluminador (filtros verde y azul)
6	Torre de objetivo: conjunto estándar con 3 objetivos de 20, 200x y 400x de aumento.
7	Plataforma para la medición, hay 2 variaciones disponibles, de forma manual o programable coordenadas X-Y (encima de ella se coloca la muestra)
8	Cabezal de medición
9	Dispositivo de posicionamiento con cabezal de medición montado, microscopio, cámara de video y la medición de fase
10	Sistema antivibratorio

#### 6.4 CONDICIONES DE USO

- ✓ La muestra debe ser plana por ambas caras para que la perforación sea precisa.
- ✓ Generalmente, la muestra no requiere ningún tratamiento previo.
- ✓ Se debe anotar la temperatura del ensayo. Se recomienda que los ensayos (nano y microintervalos), se realicen en condiciones controladas, con una T<sup>a</sup> dentro de un intervalo (23±5 °C) y con una humedad relativa de (45±10) %. Es más importante la estabilidad de la T<sup>a</sup> durante todo el ensayo que la T<sup>a</sup> real a la que se realiza.

#### 6.5 REALIZACIÓN DEL ANÁLISIS

1. Encender el equipo con el botón de la regleta (transformador negro).
2. Encender el ordenador.
3. Abrir el programa V1.9 WIN-HCU\_Ok (no tiene contraseña).

Normalmente sale un mensaje: *Do you want to Star the move to home now?\_ Yes*

Esperar hasta que se posicione el cabezal en el portamuestras.

4. Abrir: *File* → *New Standard Application* (Figura 8).



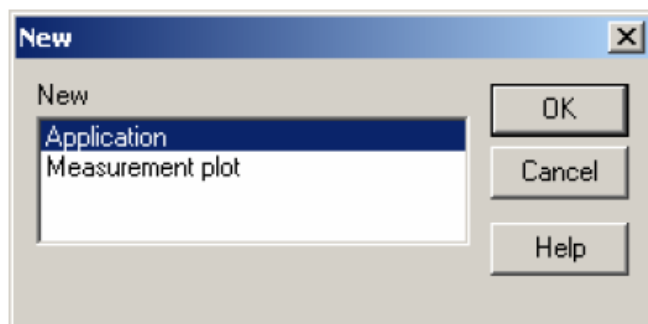


Figura 8. Selección de archivo.

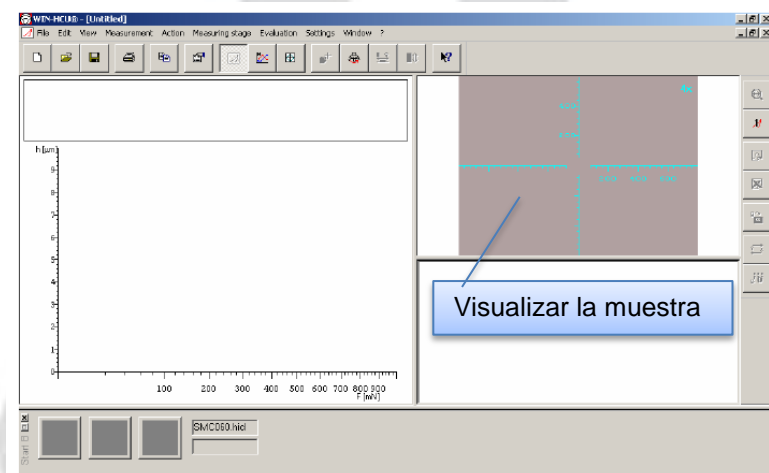
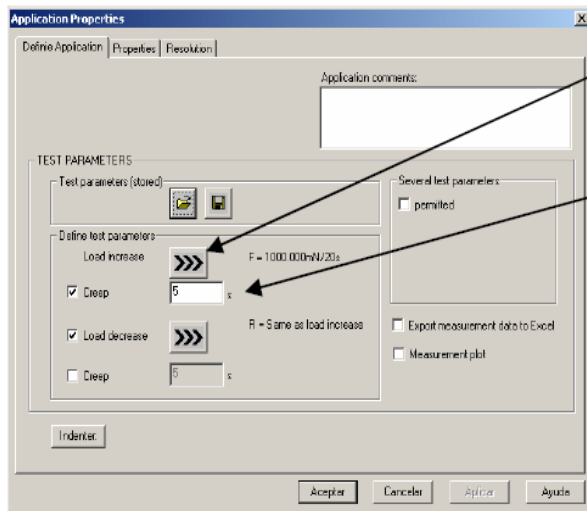


Figura 9. Ventana para visualizar la muestra.

5. En el menú principal: *File* → *save as* (Elegir como nombre del archivo el código indicado por el usuario en el recipiente de la muestra que entrega al Servicio y guardarlo).
6. Seleccionar las condiciones de análisis desde *Edit* → *Application properties* → *test parameters (stored)*. Se pueden definir los parámetros de análisis o seleccionar uno que esté hecho.

En la pestaña **Define Application**: se establecen las condiciones de análisis (Figura 10).



**Load increase:** presión aplicada durante el ensayo (máximo es 1000 mN).

**Creep:** tiempo en segundos que se mantiene la máxima presión.

**Load application time:** tiempo de aplicación.

Figura 10. Condiciones de análisis.

En la pestaña **Properties:** se establecen los parámetros que se quieren medir: HM, Y (módulo de elasticidad), etc., (Figura 11).

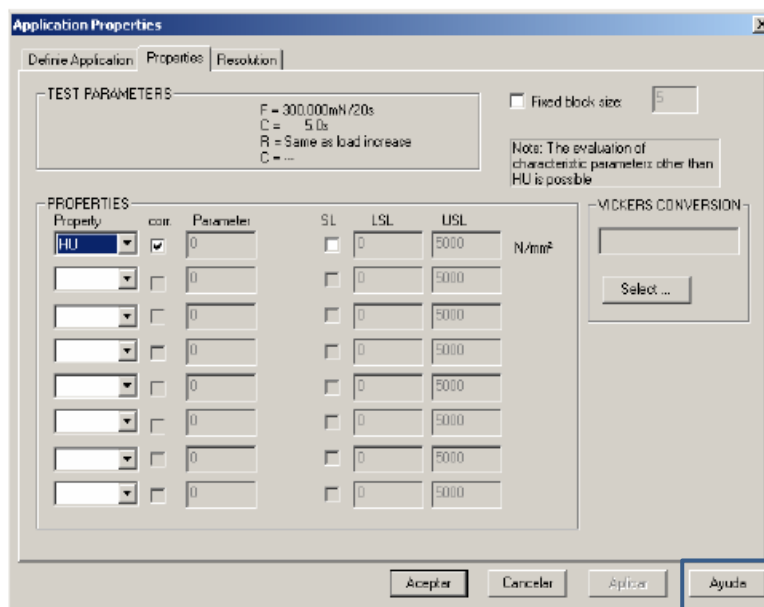


Figura 11. Selección de parámetros para la medición.

En el icono Ayuda del menú inferior están explicados todos los parámetros que se pueden medir.

- Una vez establecidos los parámetros de medida, posicionar la muestra debajo del objetivo 40x.
- Ajustar la imagen con la manivela superior del equipo hasta que se vea la superficie del material a analizar. Se aproxima el extremo del penetrador Vickers hasta la superficie de la muestra, a una velocidad controlada hasta que detecta el instante inicial de contacto. Desde el menú principal seleccionar el objetivo (*Change Objective*), Figura 12. Se puede empezar por el objetivo de 40x y luego pasar al de 200x y 400x.

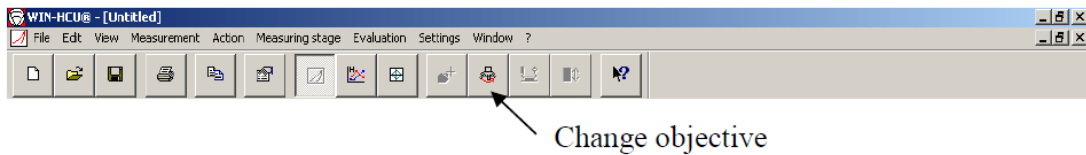


Figura 12. Selección del objetivo.

**IMPORTANTE:** para realizar la medición, elegir un área sin fisuras ni polvo.

- Desde el menú principal, pulsar *Measuring stage\_x/y programming* para seleccionar los puntos de medida (zona del material donde va a penetrar el indentador Vickers). Se puede seleccionar uno o varios puntos de medida, pulsar *append* para ir añadiéndolos (Figura 13).

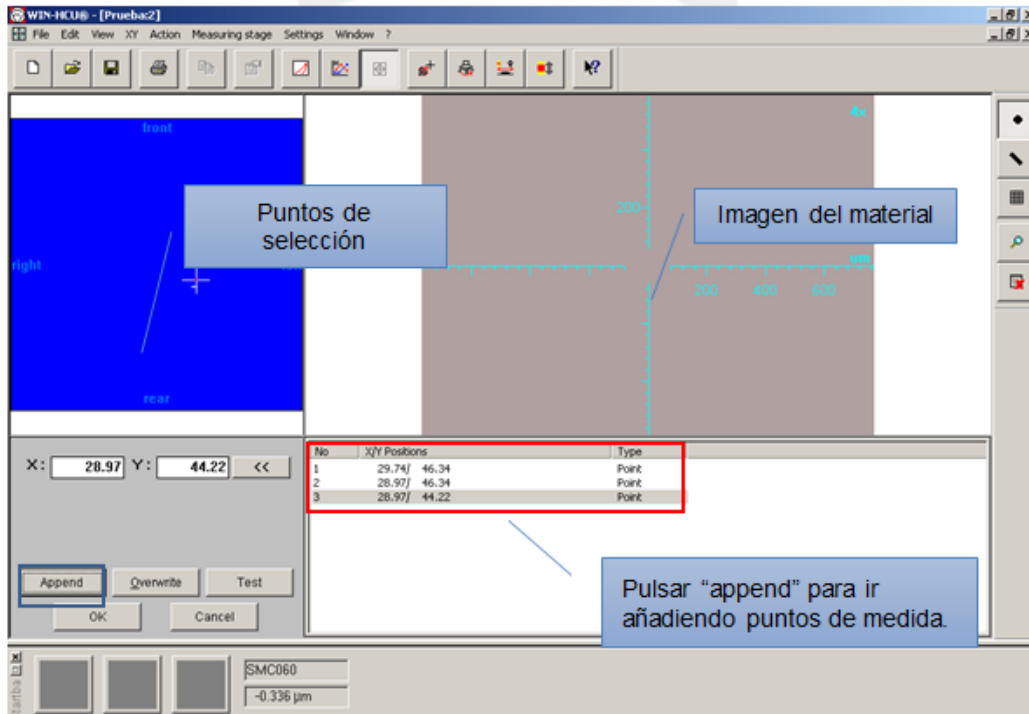


Figura 13. Selección de puntos de medida.

Con el *joystick* del teclado, seleccionar los puntos de medida y guardar (save) las coordenadas x, y. En el recuadro azul de la izquierda se visualiza los puntos seleccionados y en el recuadro de la derecha se ve la imagen a tiempo real del material.

- Una vez seleccionados los puntos pulsar **OK**. Volver a la pantalla inicial y pulsar icono **Star measure** (para la medida en un sólo punto) o **Run** (para varios puntos de medida) para que comience la medición.
- Aceptar el mensaje (Figura 14) para que la muestra se posicione en el cabezal de medida y mida en los puntos seleccionados.

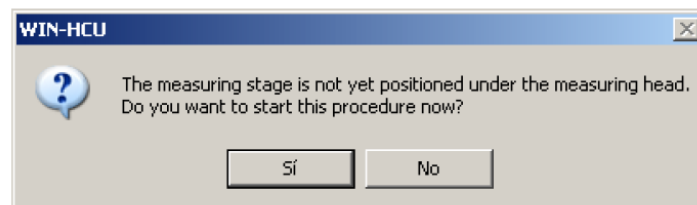


Figura 14. Aviso para comenzar la medición.

**Nota:** también se puede cambiar entre el microscopio y el indentador pulsando la tecla <> (al lado del *joystick*).

12. Cuando termine pulsar icono *move* (Figura 15) para posicionar la muestra debajo del objetivo y ver la huella del indentador (en función del tipo de muestra y la fuerza aplicada puede verse o no).



Move

Figura 15. Posición de la muestra.

Los problemas detectados durante el análisis de la muestra en el microdurómetro deberán ser registrados por el Personal del Servicio en el “Libro de Incidencias” (R.10/PG.07) y en la “Ficha Técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06), indicando si es necesaria la reparación del equipo por parte del Servicio Técnico.

## 6.6 TRATAMIENTOS DE DATOS

Para poder exportar los datos y gráficos a un archivo serán necesarios los siguientes pasos previos:

- Gráfica en pdf: *File* → *print* → *pdf creator*.
- Datos de fuerza/penetración (h) se exportan a una hoja de cálculo (*Excel*):

Crear un archivo nuevo en la hoja de cálculo (*Excel*); pulsar *Edit* menú principal, seleccionar una a una las curvas; copiar (*Copy*) y pegar en el archivo *Excel*.

- Resumen de resultados: *evaluation* → *Final evaluation* → *block selection* → *copy single readings*; abrir plantilla de resultados e ir copiando.

En la Figura 16 se muestra un ejemplo de Informe para la determinación de la microdureza Martens (HM).

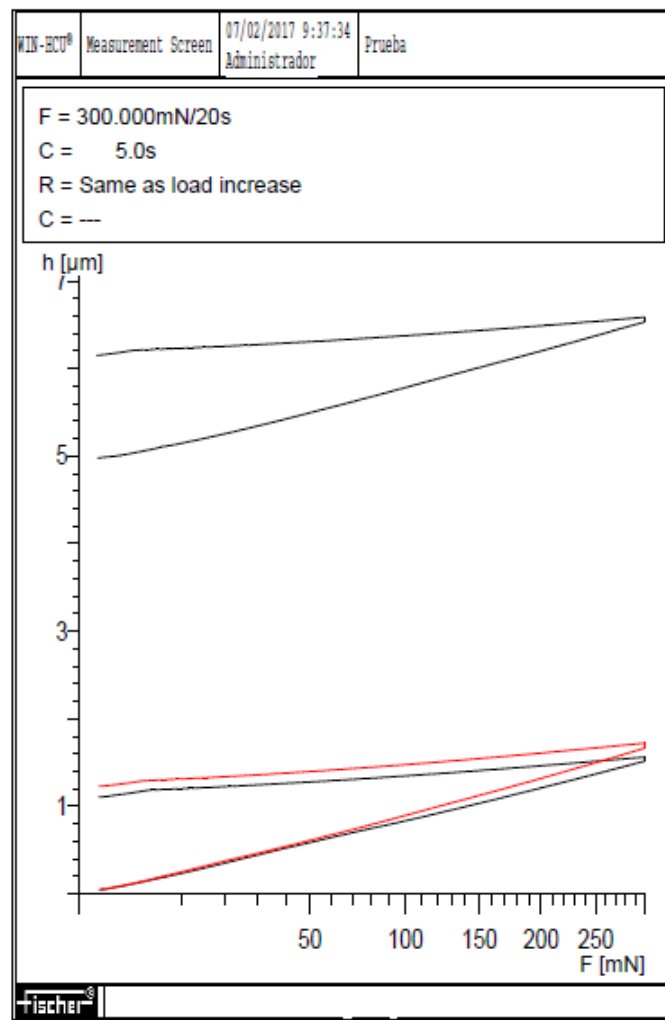


Figura 16. Ejemplo de Informe para la determinación de la microdureza Martens (HM).

Una vez terminado el análisis se apaga el equipo directamente en el interruptor.

## 6.7 MANTENIMIENTO Y LIMPIEZA DEL EQUIPO

Se aconseja limpiar el indentador antes de cada medida y al cambiar de muestra, para ello el software cuenta con un programa semiautomático de limpieza.

Desde el menú principal pulsar *Action* → *Clean Indenter*.

Una vez finalice, el programa automáticamente volverá a la ventana principal.

Se requiere: alcohol, paño (que no deje pelusa), plato acrílico.

- Para reemplazar el indentador ver el Manual, capítulo 6 (apartado 6.3 página 32).

## 6.8 CALIBRACIÓN/VERIFICACIÓN DEL EQUIPO

El equipo cuenta con un material de referencia, bloque GLAS BK7 SERIE Nº E07, para la determinación de la dureza Universal (HU), actualmente denominada dureza Martens (HM).

Poner una medida de HU aplicando:

- Fuerza= 300 mN
- Tiempo= 60 s
- *Creep*= 60 s

Resultado = 4122,6 N/mm<sup>2</sup> (se acepta un resultado entorno a  $\pm 10\%$ ).

La frecuencia de la verificación indirecta con el bloque de referencia dependerá del uso. Es normal verificar el equipo antes de cada serie de mediciones; la frecuencia de verificación no debe exceder de 12 meses.

## 6.9 NORMATIVA

- UNE-EN ISO 14577-4 (2016) Materiales metálicos. Ensayo de penetración monitorizado para la determinación de la dureza y otros parámetros de los materiales. Parte 4: Método de ensayo para revestimientos metálicos y no metálicos.
- UNE-EN ISO 14577-1 (2015) Materiales metálicos. Ensayo de penetración monitorizado para la determinación de la dureza y otros parámetros de los materiales. Parte 1: Método de ensayo.
- UNE-EN ISO 6507-1 (2005) Materiales metálicos. Ensayo de dureza Vickers. Parte 1: Método de ensayo.
- UNE-EN ISO 4516 (2002) Recubrimientos metálicos y otros recubrimientos no orgánicos. Ensayos de microdureza Vickers y Knoop.

MANEJO DEL MICRODURÓMETRO FISCHERSCOPE H100C XYp

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-09

Rev.: 01

Página 23 de 23

**7. REGISTROS/ ANEXO**

Registro/Anexo	Código	Responsable archivo	Soporte	Tiempo conservación
Protocolo de uso del Microdurómetro	Anexo 1	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años
Uso del Microdurómetro	R.01/IT-LCPM-09	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años



## ANEXO 1: PROTOCOLO DE USO DEL MICRODURÓMETRO

Cuestiones previas
<ul style="list-style-type: none"><li>✓ La muestra debe ser plana por ambas caras para que la perforación sea precisa.</li><li>✓ Generalmente, la muestra no requiere ningún tratamiento previo.</li><li>✓ Anotar la temperatura de ensayo, es importante que permanezca estable durante el análisis.</li></ul>
Protocolo de medida
<ol style="list-style-type: none"><li>1. Encender el equipo con el botón de la regleta (transformador negro)</li><li>2. Encender el ordenador</li><li>3. Abrir el programa V1.9 WIN-HCU_Ok (no tiene contraseña).</li></ol> <p>Normalmente sale un mensaje: <i>Do you want to Star the move to home now?_Yes</i></p> <p>Esperar hasta que se posicione el cabezal en el portamuestras.</p> <ol style="list-style-type: none"><li>4. Abrir: <i>File</i> → <i>New Standard Application</i></li><li>5. En el menú principal: <i>File</i> → <i>save as</i> (nombrar el archivo con el mismo nombre de la muestra y guardarlo).</li><li>6. Seleccionar las condiciones de análisis desde <i>Edit</i> → <i>Application properties</i> → <i>test parameters (stored)</i>. Se pueden definir los parámetros de análisis o seleccionar uno que esté hecho.</li></ol> <p>En la pestaña <b>Define Application</b>, se establecen las condiciones de análisis:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- <b>Load increase</b>: presión aplicada durante el ensayo (máximo es 1000 mN).</li><li>- <b>Creep</b>: tiempo en segundos que se mantiene la máxima presión.</li><li>- <b>Load application time</b>: tiempo de aplicación.</li></ul> <p>En la pestaña <b>Properties</b>, se establecen los parámetros que se quieren medir: HM, Y, etc.</p> <p>En el icono Ayuda del menú inferior están explicados todos los parámetros que se pueden medir.</p> <ol style="list-style-type: none"><li>7. Una vez establecidos los parámetros de medida, posicionar la muestra debajo del objetivo 4x.</li><li>8. Ajustar la imagen con la manivela superior del equipo hasta que se vea la superficie del material a analizar. Desde el menú principal seleccionar el objetivo (<i>Change Objective</i>). Se puede empezar por el objetivo de 40x y luego pasar al de 200x y 400x.</li></ol> <p><b>Nota:</b> <i>elegir un área sin fisuras ni polvo.</i></p> <ol style="list-style-type: none"><li>9. Desde el menú principal, pulsar <i>Measuring stage_x/y programming</i> para seleccionar los puntos de medida (zona del material donde va a penetrar el indentador Vickers). Se puede seleccionar uno o varios puntos de medida, pulsar <i>append</i> para ir añadiéndolos.</li></ol> <p>Con el joystick del teclado, seleccionar los puntos de medida y guardar (<i>save</i>) las coordenadas x,</p>

y. En el recuadro azul de la izquierda se van viendo los puntos seleccionados y en el recuadro de la derecha se ve la imagen a tiempo real del material.

10. Una vez seleccionados los puntos pulsar **OK**. Volver a la pantalla inicial y pulsar icono **Star measure** (para la medida en un sólo punto) o **Run** (para varios puntos de medida) para que comience la medida.

11. Aceptar el mensaje para que la muestra se posicione en el cabezal de medida y mida en los puntos seleccionados.

**Nota:** también se puede cambiar entre el microscopio y el indentador pulsando la tecla <> (al lado del joystick).

12. Cuando termine pulsar icono *move* para posicionar la muestra debajo del objetivo y ver la huella del indentador (en función del tipo de muestra y la fuerza aplicada puede verse o no).

### Exportar resultados

- Gráfica en pdf: *File* → *print* → *pdf creator*.
- Datos de fuerza/penetración (h) se exportan a una hoja de cálculo (*Excel*):

Crear un archivo nuevo en la hoja de cálculo (*Excel*); pulsar *Edit* menú principal, seleccionar una a una las curvas; copiar (*Copy*) y pegar en el archivo Excel.

- Resumen de resultados: *evaluation* → *Final evaluation* → *block selection* → *copy single readings*; abrir plantilla de resultados e ir copiando

### Mantenimiento y limpieza

Se aconseja limpiar el indentador antes de cada medida y al cambiar de muestra, para ello el software cuenta con un programa semiautomático de limpieza.

Desde el menú principal pulsar *Action* → *Clean Indenter*.

Una vez finalice, el programa automáticamente volverá a la ventana principal.

Se requiere: alcohol, paño (que no deje pelusa), plato acrílico.

### Verificación de funcionamiento

El equipo cuenta con un material de referencia, bloque GLAS BK7 SERIE N° E07, para la determinación de la dureza Universal (HU), actualmente denominada dureza Martens (HM).

Poner una medida de HU aplicando:

- Fuerza= 300 mN
- Tiempo= 60 s
- Creep= 60 s

Resultado = 4122,6 N/mm<sup>2</sup> (se acepta un resultado entorno a ± 10%)

La frecuencia de la verificación indirecta con el bloque de referencia dependerá del uso. Es

normal verificar el equipo antes de cada serie de mediciones; [la frecuencia de verificación no debe exceder de 12 meses.](#)

### Apagar equipo

Directamente en el interruptor.

**Nota:** se realizará una copia impresa del “Protocolo uso del Microdurómetro” y se colocará al lado del equipo para su consulta.

## Registro “Uso del Microdurómetro”

<b>Referencia</b>	R.01/IT-LCPM-09
<b>Rev.</b>	01

ID:		Usuario:	
Fecha:		Operador:	
Código de muestra:		Tiempo de uso:	
<b>Condiciones:</b>			
F (mN/s):		R:	
Nº medidas:			
Localización Resultados:	Soporte Digital <input type="checkbox"/>	Soporte en papel <input type="checkbox"/>	
Observaciones:			

# MANEJO DEL REÓMETRO CVO-100

ELABORADO/REVISADO	REVISADO	APROBADO
FECHA:	FECHA:	FECHA:
Firma:	Firma:	Firma:
RESPONSABLE DEL SERVICIO	RESPONSABLE DE CALIDAD	DIRECTOR
Nombre: Enrique González Cabrera	Nombre: Antonio Santos Delgado	Nombre: José Luis Rodríguez Marrero

## MODIFICACIONES A LA EDICIÓN ANTERIOR

--

## CONTROL DE DISTRIBUCIÓN

Destinatario:
Nº de copia controlada:

## 1. OBJETO

Establecer el procedimiento para la utilización del reómetro CVO-100 en el análisis de muestras.

## 2. ALCANCE

Este procedimiento debe realizarse cuando se reciban muestras para su análisis en el equipo reómetro CVO-100-901 Malvern Instruments Ld., (nº serie MAL1048174).

## 3. RESPONSABILIDADES

La utilización del reómetro CVO-100 está restringida al personal del Servicio que posea la correspondiente cualificación y que esté recogida en el "Registro de cualificación" (R.03/PG-05).

Este equipo podrá ser utilizado por personal cualificado para este fin, siempre bajo supervisión del personal del Servicio. Queda prohibida su manipulación por toda persona no cualificada.

Los usuarios internos que posean la correspondiente cualificación reconocida y que está recogida en la "Ficha de cualificación del usuario" (R.05/PG-07) podrán hacer uso del reómetro en modo autoservicio, una vez que el personal del Servicio haya preparado el equipo de acuerdo con la correspondiente solicitud.

El seguimiento e implantación de esta instrucción técnica será responsabilidad del Responsable / Técnico / Becario del Servicio:

### RESPONSABLE DEL SERVICIO

Supervisará y comprobará la correcta preparación y medida realizada por el técnico y/o becario del Servicio.

## TÉCNICO DEL SERVICIO

- Recibir, custodiar y mantener en las condiciones adecuadas las muestras de los usuarios que han sido depositadas en el Servicio.
- Conocer el correcto funcionamiento del equipo para realizar el análisis de la muestra en el reómetro CVO-100.
- Conocer y utilizar correctamente el software del equipo y otros programas para el tratamiento de los resultados obtenidos.
- Ejecutar el procedimiento de análisis para medir la viscosidad, y el análisis mediante oscilación, para medir las propiedades dinámicas de la muestra, como módulo viscoso y elástico y ángulo de fase.
- Limpieza del material de laboratorio.
- Realizar las tareas de mantenimiento necesarias para el buen funcionamiento del equipo descritas en el Registro “Plan de mantenimiento preventivo” (R.02/PG-04).
- Mantener al menos la cantidad mínima requerida de material en el laboratorio para efectuar los análisis y actualizado el listado de inventario del Anexo I: Material y accesorios, incluido en el Registro “Ficha técnica e historial de equipo” (R.02/PG-06).
- Solicitar la compra de materiales cuando sea necesario siguiendo el Procedimiento General “Gestión de compras” (PG-02).
- Realizar las tareas de verificación y calibración del equipo en los periodos establecidos descritos en el Registro “Plan de calibración/verificación de equipos” (R.01/PG-06) y anotarlo “Ficha técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06).
- Cumplir con las normas de seguridad establecidas en el Servicio.
- Utilizar los equipos de protección de seguridad necesarios.

- Vigilar el equipo durante la realización de este procedimiento. No dejar descuidado el equipo o al menos sin las medidas de seguridad adecuadas.
- Impedir que otras personas manipulen y realicen ensayos con el equipo.
- Informar al Responsable del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Garantizar la confidencialidad de los datos y resultados que se obtengan durante los estudios realizados en el Servicio.

### BECARIO

- Ejecutar el procedimiento de análisis de muestras en el reómetro cuando el Técnico del Servicio se lo indique.
- Colaborar en todas las tareas que el Técnico del Servicio le indique.
- Conocer el correcto funcionamiento del equipo que va a utilizar.
- Informar al Técnico del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Asumir las responsabilidades del Técnico del Servicio en ausencia del mismo.

## **4. DEFINICIONES**

REOLOGÍA DE FLUIDOS: la reología es el estudio de la forma en la cual los materiales fluyen y se deforman cuando están sujetos a fuerzas externas. Describe la consistencia de diferentes fluidos, normalmente mediante dos componentes, la viscosidad y la elasticidad.

REÓMETRO: equipo que mide la forma en que fluyen un líquido, mezcla o suspensión bajo la acción de fuerzas externas. Se emplea para fluidos que no pueden definirse con un único valor de viscosidad y requieren más parámetros de los que puede proporcionar un viscosímetro.



**DEFORMACIÓN DE CIZALLA** (*Shear strain*) ( $\gamma$ ): la aplicación del esfuerzo de cizalla induce a una deformación que es cuantificada con el término deformación por cizalla, se abrevia como cizallamiento. Se define como la extensión de la deformación ( $u$ ) dividida por la altura o espesor de la muestra (Ec.1), Figura 1. Suele darse en %.

$$\gamma = \frac{u}{s} = \frac{\text{desplazamiento}}{\text{altura}} \quad [\text{Ec. 1}]$$

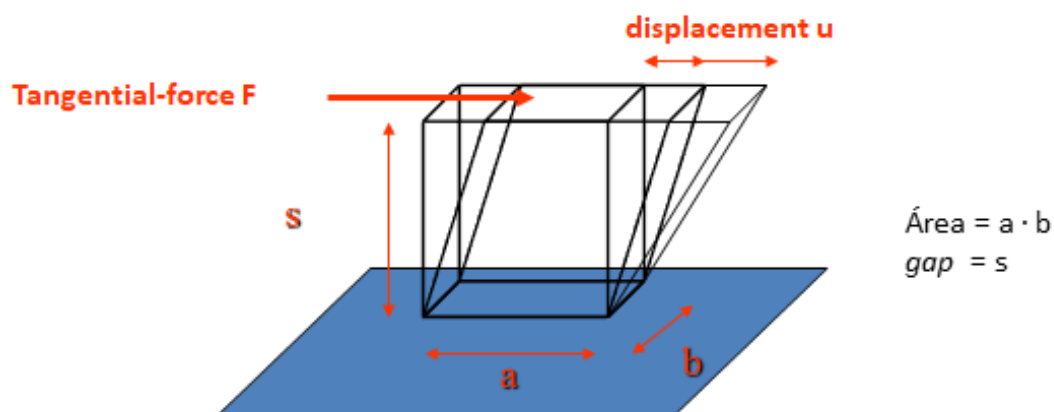


Figura 1. Deformación por cizalla de un cuerpo elástico.

**ESFUERZO DE CORTE O CIZALLA** (*Shear stress*) ( $\sigma$ ): el esfuerzo de cizalla es una medición de la cantidad de fuerza aplicada a la muestra y se define como componente del esfuerzo (fuerza por unidad de superficie) paralela (o tangencial) al área conocida (Ec.2).

$$\sigma = \frac{\text{Fuerza}}{\text{Área}} \quad \left[ \frac{\text{N}}{\text{m}^2}; \text{Pa} \right] \quad [\text{Ec. 2}]$$

**VELOCIDAD DE CIZALLA** (*Shear rate*) ( $\dot{\gamma}$ ): es el cambio de la deformación de cizalla por unidad de tiempo [ $\text{s}^{-1}$ ], (Ec.3). Para definir la velocidad de cizalla el esfuerzo debe estar en crecimiento continuo.

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} \quad [\text{s}^{-1}] \quad [\text{Ec. 3}]$$

**VISCOSIDAD** (*viscosity*) ( $\eta$ ): es una medición de la resistencia de un material a fluir y se define como la relación entre el esfuerzo de cizalla y la velocidad de cizalla (Ec.4). La unidad de viscosidad en el SI es [ $\text{Pa}\cdot\text{s}$ ].

$$\eta(T, p, t, \gamma) = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad [Ec. 4]$$

**FLUENCIA** (*creep*): deformación lenta de un material. Se suele medir a esfuerzo constante.

**TIXOTROPÍA** (*thixotropy*): en el comportamiento de fluidos, cuando se ven afectados por el tiempo, se produce el fenómeno por el que la viscosidad disminuye al aplicar un esfuerzo de cizalla y hay una recuperación gradual de la estructura al eliminar el esfuerzo.

## 5. DIAGRAMA DE FLUJO

No aplica.

## 6. DESARROLLO

Los reómetros rotativos pueden aplicar fuerza a una muestra de diferentes maneras. El esfuerzo puede controlarse, posibilitando un esfuerzo de cizalla progresivo y continuo, o la realización de ensayos de oscilación controlada. De manera alternativa, la tensión puede controlarse, para permitir una velocidad de deformación en cizalla continua o la realización de oscilación controlados. La operación en un modo de cizallamiento continuo y regular (con control de velocidad o de esfuerzo) es la manera más adecuada para generar información y estudiar de qué manera el comportamiento del material varía con el tiempo y las fuerzas aplicadas. Las pruebas oscilatorias permiten el estudio de la naturaleza viscoelástica del material.

Los fundamentos de la técnica de reometría rotacional son los siguientes (Malvern Instruments):

- La muestra se carga en el hueco de un sistema de medición o geometría (como un sistema de cono y placa) diseñado específicamente para impulsar el flujo de cizallamiento sencillo cuando se hace girar. Dispone de control de velocidad y medición en un rango muy amplio para maximizar el rango de medición de la velocidad de deformación en cizalla.
- El sistema de medición se encuentra sobre un cojinete de aire prácticamente sin fricción, impulsado por un motor de inercia ultra baja, acoplado a un codificador de posición de precisión ultra alta. La muestra y el sistema de medición también cuentan

con control por temperatura. La apertura pequeña de aire permite la caracterización de los fluidos de baja viscosidad.

- Se pueden determinar varias características reológicas de la muestra por rotación, por oscilación, el equipo tiene capacidad para aplicar cizallamiento bidireccional (*bidirectional shear*) y llevar a cabo ensayos oscilatorios/dinámicos o bien, mediante la aplicación de una función de paso al sistema de medición, ya sea mediante el control del par motor (reometría de tensión controlada) o el cambio de posición (reometría de deformación controlada).
- Los modos de prueba comunes son rotacional (o flujo) para medir la viscosidad de cizallamiento, y oscilación, para medir las propiedades dinámicas del material como módulo viscoso, módulo elástico y ángulo de fase.

La reometría rotacional permite que se evalúen también otras propiedades reológicas, como flujo de cedencia, tixotropía, fluencia y relajación de recuperación y tensión.

#### ▪ Ensayo de viscosidad

##### ***Variables que afectan a la viscosidad***

La viscosidad está influenciada por la estructura molecular de la muestra, la presión, el tiempo y la temperatura. Un buen control de la temperatura es fundamental para una medida exacta de la viscosidad. La velocidad de deformación en cizalla también influye en la viscosidad. A continuación se describen como afectan estas variables en la determinación de la viscosidad.

##### a) Efecto de la velocidad de cizalla

Desde el punto de vista reológico, la velocidad de cizalla es la variable más importante. Se distingue entre:

#### - **Fluidos newtonianos**

El modelo de Newton asume que existe proporcionalidad directa entre el esfuerzo aplicado y el gradiente de velocidad producido. La representación gráfica del esfuerzo de cizalla en

función de la velocidad de cizalla se denomina curva de flujo. En un fluido newtoniano, la curva de flujo es una línea recta que comienza en el origen y cuya pendiente viene dada por el ángulo  $\alpha$ . Cada valor de viscosidad ( $\eta$ ) es el resultado de dividir pares de valores de  $\sigma$  y  $\dot{\gamma}$ , por lo que se puede definir como la tangente del ángulo  $\alpha$ .

Otra forma de representar el comportamiento al flujo es mediante las denominadas curvas de viscosidad, en donde se representa la viscosidad en función de la velocidad de cizalla. Para un fluido newtoniano la curva de viscosidad será una recta paralela al eje de abscisas, Figura 2.

El comportamiento newtoniano presenta las siguientes características:

- 1) La única componente del esfuerzo es la de cizalla, siendo nulas las dos diferencias entre esfuerzos normales.
- 2) La viscosidad no varía con la velocidad de cizalla.
- 3) La viscosidad es constante durante el tiempo de cizalla y el esfuerzo cae instantáneamente a cero al interrumpir la cizalla.
- 4) Las viscosidades medidas en distintas condiciones de deformación son proporcionales

El material que se desvíe de cualquiera de estas características se dice que es no newtoniano.

#### - Fluidos no newtonianos

Dado que la mayor parte de los materiales no son newtonianos, y  $\eta$  no es un coeficiente sino una función de la velocidad de cizalla, se puede definir la función  $\eta(\dot{\gamma})$  como viscosidad de cizalla o viscosidad aparente. Para evaluar la velocidad de cizalla a la que se somete un sistema, basta con dividir la velocidad promedio del líquido que fluye por una dimensión característica definida por la geometría del sistema de medida.

En el caso más general, la viscosidad tiene a disminuir a medida que aumenta la velocidad de cizalla, comportamiento conocido como fluidificación por cizalla (*shear thinning*), en la terminología clásica se refiere a este comportamiento como pseudoplasticidad o plasticidad.

Por el contrario, cuando la viscosidad aumenta con la velocidad de cizalla, se dice que el fluido presenta un comportamiento de espesamiento por cizalla (*shear thickening*) que también se refiere como dilatancia.

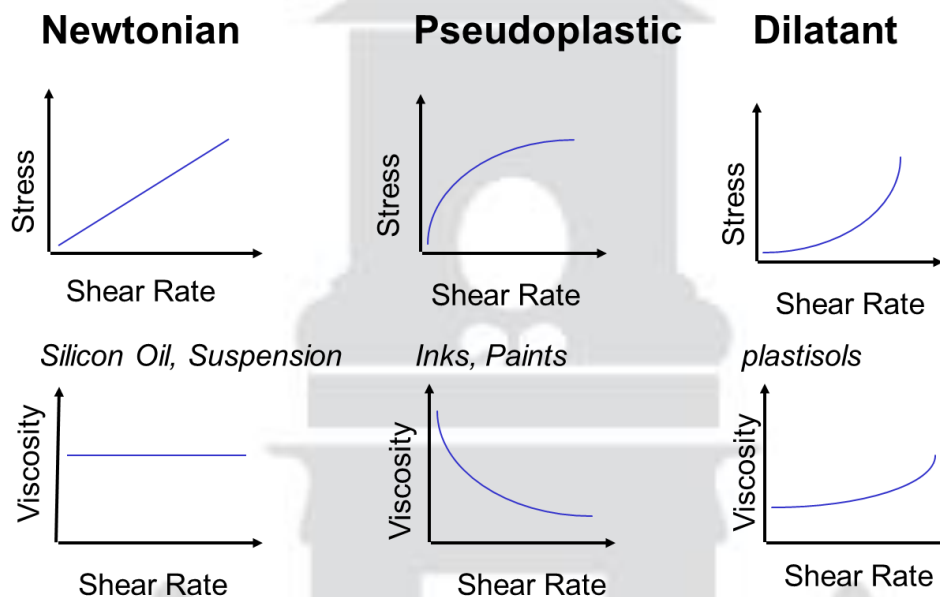


Figura 2. Curvas de flujo y viscosidad de los distintos tipos de comportamiento reológico.

#### - Fluidos no newtonianos fluidificantes

El comportamiento fluidificante presenta grandes diferencias entre las regiones de alta cizalla y baja cizalla. La forma general de las curvas de flujo y viscosidad de una sustancia fluidificante se muestra en la Figura 3. Durante el flujo, se pueden distinguir tres zonas diferentes, una primera región newtoniana a bajas velocidades de cizalla (región inferior), una región intermedia en la que la viscosidad disminuye al aumentar la velocidad de cizalla y, finalmente, una tercera región newtoniana a elevadas velocidades de cizalla (región superior). Diferenciar entre las regiones de baja y de alta velocidad de cizalla, es posible experimentalmente, por medio del reómetro, que permite realizar medidas de velocidad controlada y esfuerzo controlado.

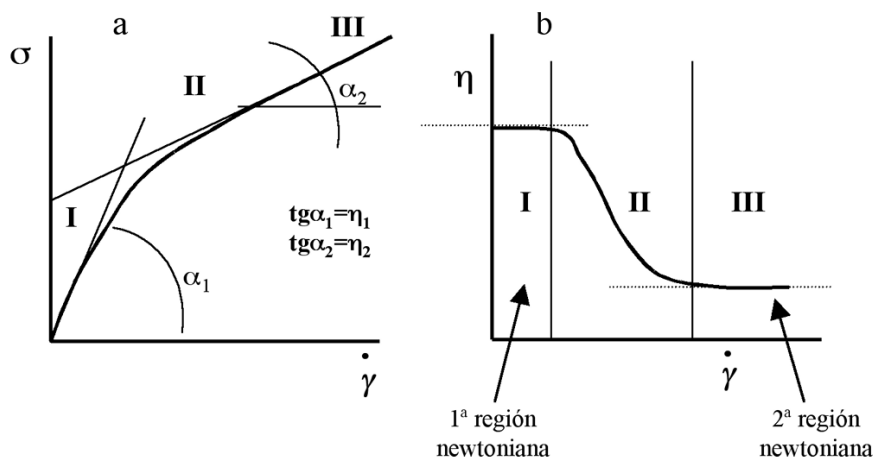


Figura 3. Curvas de flujo (a) y viscosidad (b) de un material fluidificante.

#### - Fluidos no newtonianos espesantes

En algunos casos la deformación de un material puede provocar cambios microestructurales tales que la resistencia al flujo aumente con la velocidad de cizalla, por ejemplo en dispersiones coloidales y en suspensiones concentradas. El comportamiento dilatante también puede estar provocado por el tamaño de partícula.

#### b) Efecto de la temperatura

La viscosidad también depende de la temperatura. La viscosidad de líquidos newtonianos disminuye al aumentar la temperatura siguiendo la ley de Arrhenius. En general, cuanto mayor es la viscosidad, mayor tiende a ser su dependencia con la temperatura.

Dada la fuerte dependencia de la viscosidad con la temperatura, las medidas reológicas deben llevarse a cabo con un cuidadoso control, por ello, el equipo cuenta con un sistema de control que permite mantener la temperatura dentro de unos márgenes muy precisos. Sin embargo, la propia cizalla a la que se somete la muestra puede generar efectos térmicos no controlados. Se considera que la velocidad de disipación por unidad de volumen del fluido sometido a cizalla es el producto entre esfuerzo de cizalla y velocidad de cizalla,  $\sigma \cdot \dot{\gamma}$ , o lo que es igual,  $\eta \cdot (\dot{\gamma})^2$ .

c) Efecto de la presión

Otra variable que afecta a la viscosidad es la presión. La viscosidad de los líquidos aumenta exponencialmente con la presión, a excepción del agua por debajo de 30 °C, en cuyo caso la viscosidad disminuye primero y después aumenta exponencialmente. En general, el efecto de la presión no se tiene en cuenta, ya que los cambios son muy pequeños para diferencias de presión de  $\pm 1$  bar (100 KPa) con respecto a la presión atmosférica.

d) Efecto del tiempo

El comportamiento de flujo puede verse afectado de dos maneras por el tiempo. El fenómeno por el que la viscosidad disminuye al aplicar un esfuerzo de cizalla y hay una recuperación gradual de la estructura al eliminar el esfuerzo se denomina tixotropía. Por el contrario, el aumento de viscosidad con el tiempo bajo la acción de una cizalla constante se denomina reopexia. Normalmente, se asocia la tixotropía con el comportamiento fluidificante y la reopexia con el espesante, y ambos procesos pueden ser reversibles o irreversibles.

▪ **Ensayo oscilatorio**

***Principio de la medición***

El ensayo de oscilación consiste en someter un fluido a un esfuerzo o deformación sinusoidal y se recogen la deformación o el esfuerzo resultante, respectivamente. El movimiento sinusoidal se repite continuamente, transcurriendo un cierto tiempo para cada ciclo que es inversamente proporcional a la frecuencia. Sin embargo, en muchos casos, el esfuerzo no está en fase con la deformación, sino desplazado un cierto ángulo de fase ( $\delta$ ), tal como se muestra en la Figura 4. La deformación (*strain*) sinusoidal puede expresarse de forma matemática como (Ec.5):

$$\gamma = \gamma_0 \cdot \text{sen}(\omega t) \quad [\text{Ec. 5}]$$

donde:

$\gamma_0$  es la amplitud de la onda de deformación.

$\omega$  es la velocidad angular, dada por  $\omega = 2\pi f$ , [ $s^{-1}$ ]. Donde  $f$  es la frecuencia de oscilación (*angular frequency*).

$t$  es el tiempo [s].

El esfuerzo (*stress*) resultante de la deformación es (Ec.6):

$$\tau = \tau_0 \cdot \text{sen}(\omega t + \delta) \quad [Pa] \quad [Ec. 6]$$

donde

$\delta$  es el ángulo de fase (*phase angle*) [rad]. El ángulo de fase es  $0^\circ$  para los sólidos elásticos y  $90^\circ$  para los líquidos Newtonianos. Un fluido viscoelástico presenta un ángulo de fase entre  $0^\circ$  y  $90^\circ$ .

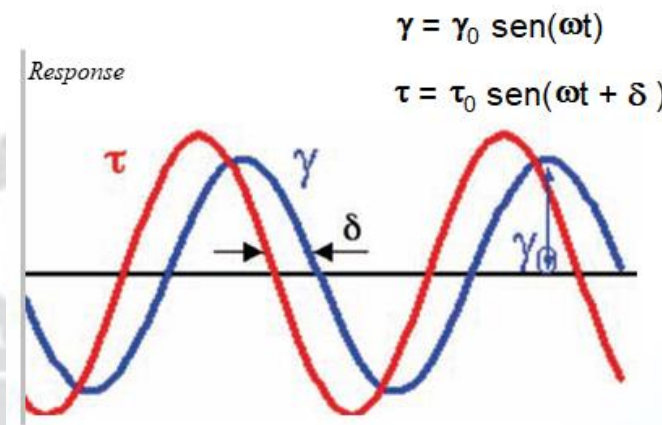
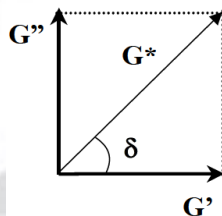


Figura 4. Deformación oscilatoria y respuesta del esfuerzo, mostrando el ángulo de fase entre estímulo y respuesta.

Este tipo de comportamiento puede ser descrito mediante números complejos; en tal sentido, el esfuerzo puede descomponerse en dos componentes, un componente en fase y un componente fuera de fase. Puede definirse entonces un módulo de elasticidad complejo  $G^*$  (*complex shear modulus*), Figura 5:

$$G^* = G' + iG'' \quad [Pa]$$





**Figura 5. Representación del módulo complejo como combinación de dos vectores, que son los módulos elástico (G') y viscoso (G'').**

La señal en fase  $G'$  [Pa], se denomina módulo elástico o módulo de almacenamiento, *storage modulus*, o energía almacenada por ciclo. Es una medida de la energía suministrada por el esfuerzo que es temporalmente almacenada durante el ensayo pero que puede ser recuperada una vez liberado el esfuerzo, es decir hay recuperación elástica y se calcula mediante la Ec.7:

$$G' = \frac{\sigma_0}{\dot{\gamma}_0} \cos\delta \quad [Ec. 7]$$

La señal en desfase,  $G''$  [Pa], se denomina módulo viscoso o módulo de pérdidas, *loss modulus*, o energía disipada por ciclo. Es una medida de la energía de deformación que ha sido utilizada para cambiar la estructura del material, es decir, para iniciar el flujo parcial o totalmente. La energía se consume debido a las fuerzas de fricción que se establecen entre las partículas del material cuando se mueven al fluir. Parte de esta energía se consume calentando el fluido y otra se disipa al ambiente. Esta pérdida de energía demuestra el comportamiento de deformación irreversible al someter al material al ensayo oscilatorio. Por ello,  $G''$  representa el comportamiento viscoso del material. y se calcula mediante la Ec.8:

$$G'' = \frac{\sigma_0}{\dot{\gamma}_0} \sen\delta \quad [Ec. 8]$$

Teniendo en cuenta que la viscosidad aparece como coeficiente de proporcionalidad entre el esfuerzo y la deformación, se puede definir una viscosidad aparente compleja  $\eta^*$  mediante la siguiente expresión (Ec.9):

$$\eta^* = \frac{G''}{\omega} - i \frac{G'}{\omega} = \eta' - i\eta'' \quad [Pa.s] \quad [Ec. 9]$$

donde

$\eta'$  es la viscosidad dinámica y  $\eta''$  la componente elástica de  $\eta^*$

Cuando un material es sometido a un ensayo oscilatorio, el cual puede representarse según el modelo de Maxwell, bajo la condición  $\sigma_0 = \sigma$ , permite expresar los módulos  $G'$  (Ec.10) y  $G''$  (Ec.11) como:

$$G' = \frac{G(\omega t)^2}{(1 + (\omega t)^2)} \quad [Pa] \quad [Ec. 10]$$

$$G'' = \frac{\eta\omega}{(1 + (\omega t)^2)} \quad [Pa] \quad [Ec. 11]$$

Y permite representar la respuesta del material, como se muestra en la Figura 6:

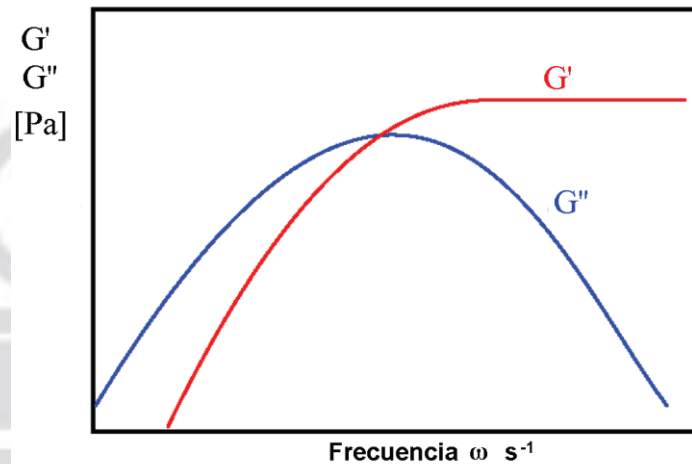


Figura 6. Respuesta de un material ideal (Modelo Maxwell) sometido a un ensayo oscilatorio.

A bajas frecuencias  $G''$  es mayor que  $G'$ , lo que implica que el material se comporta como un líquido. Al aumentar la frecuencia esta tendencia se invierte y cuando  $G'$  es mayor que  $G''$  el material se comporta como un sólido. La frecuencia en la cual  $G'$  y  $G''$  intersectan da lugar al tiempo característico o tiempo de respuesta del material.

El comportamiento de un material real ante el mismo ensayo oscilatorio se describe a continuación, Figura 7:

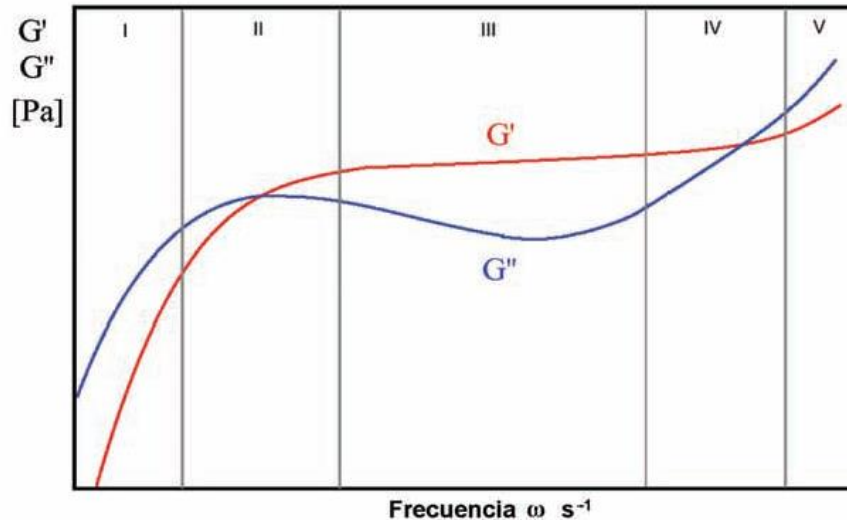


Figura 7. Respuesta de un material real sometido a un ensayo oscilatorio.

En este caso, el material pasa por múltiples transiciones:

Zona I, conocida como la zona de flujo o terminal donde  $G''$  predomina, esto indica un comportamiento viscoso, es decir, el material fluye. En esta zona  $G''$  aumenta linealmente con la frecuencia mientras que  $G'$  lo hace al cuadrado de la frecuencia.

Zona II, que es la zona de transición al flujo recibe este nombre porque si se observa a partir de frecuencias elevadas, cuando aún  $G' > G''$ , se observa el punto de intersección entre los módulos que marca el comienzo del comportamiento viscoso, el inverso de esta frecuencia de corte corresponde al tiempo de respuesta del material ( $\lambda$ ), tal como el que se calcula por el modelo de Maxwell.

Zona III, o zona gomosa, indica la “meseta” exhibida por  $G'$ , que puede considerarse esencialmente constante en ese rango de frecuencia. El comportamiento elástico predomina y el material se comporta como un sólido. En algunos casos, cuando la pendiente según la cual disminuye  $G''$  es suficientemente pequeña, es posible considerar que esta zona se aproxima a un comportamiento viscoelástico lineal.

Zona IV, corresponde a la zona de transición vítrea,  $G''$  comienza a aumentar rápidamente y se produce otro corte entre los módulos, lo cual representa un segundo tiempo característico del material.

Zona V, corresponde a la región cristalina donde G' predomina.

Experimentalmente, una manera de visualizar todas las zonas de comportamiento de un material complejo es aprovechando la dependencia de los módulos G' y G'' con la temperatura, lo que se conoce como el principio de superposición tiempo-temperatura. En la mayoría de los casos de comportamiento viscoelástico, el factor tiempo tiene un efecto significativo en las propiedades de flujo observadas. Una medida de la influencia del tiempo es el llamado número de Deborah (De), el cual es una relación adimensional entre el tiempo de respuesta ( $\lambda$ ) y el tiempo de observación, Ec.12:

$$De = \frac{\text{tiempo de respuesta (tiempo característico de la muestra)}}{\text{tiempo de observación (tiempo del experimento)}} \quad [Ec. 12]$$

Nº de Deborah (De)	Tipo de fluido
De >> 1	Comportamiento elástico
De << 1	Comportamiento viscoso
De ≈ 1	Comportamiento viscoelástico

El tiempo característico de una sustancia ( $\lambda$ ) se puede calcular a partir de Ec.13:

$$\lambda = \frac{\eta}{G} \quad [s] \quad [Ec. 13]$$

## 6.1 EQUIPOS Y MATERIALES

Todo el material y el equipo utilizado se encuentran descritos en el manual del equipo situado en el armario del LCPM-SAT.

- DE.LCPM.07.01 User Manual for Bohlin Rheometers

El manual de este equipo y la información adicional también se encuentran en versión digital con los títulos:

- *A basic introduction to Rheology* (Part N°0334 Issue 2)
- *How to make measurements with the Bohlin Visco88BV* (Part N°0336 Issue 2)

- *User Manual for Bohlin Rheometers* (Part N° MAN0329-3 Issue 3.0)
- *User Manual for the Bohlin Visco 88 Viscometer* (Part N° MAN0333 Issue 2.0)

Además, el material y accesorios necesarios para realizar el procedimiento de análisis estará inventariado y actualizado en el Anexo1 “Material y accesorios” incluido en el Registro “Ficha técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06).

## 6.2 CARACTERÍSTICAS DEL EQUIPO

### 6.2.1 Unidades del reómetro

El reómetro CVO-100 está compuesto por las siguientes unidades (Figura 8 y Tabla 1):

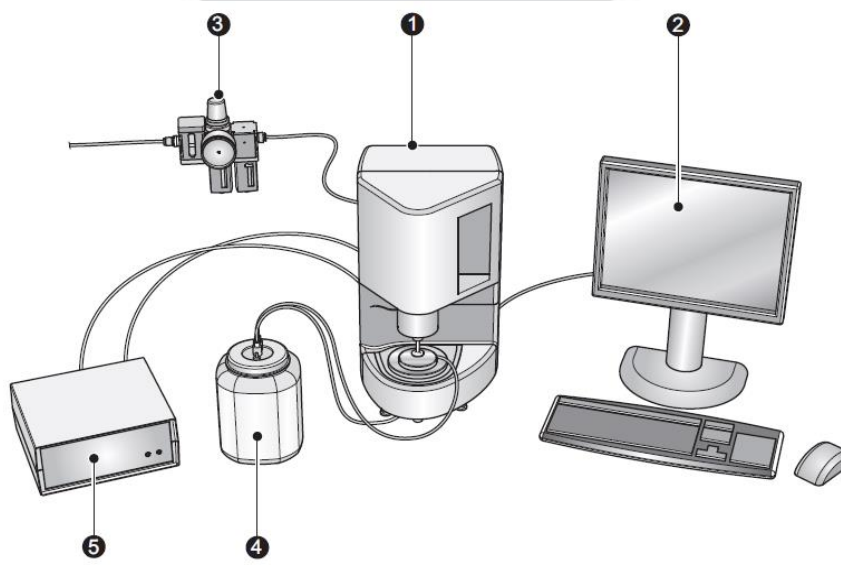


Figura 8. Reómetro y sus unidades [Malvern Instruments].

Tabla 1. Elementos y descripción de las unidades que componen el Reómetro CVO-100.

Elemento	Descripción
1 Reómetro	Contiene cojinete de aire de alta especificación con el par motor, posición, <i>gap</i> (distancia), control de la fuerza normal, y también control de la medición.
2 Ordenador	Ejecución del software <i>Bohlin</i> .

MANEJO DEL REÓMETRO CVO-100

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-10

Rev.: 01

Página 18 de 39

Elemento	Descripción
3 Suministro de aire	Proporciona aire al cojinete dentro del reómetro.
4 Suministro de agua-Peltier	Proporciona agua a la unidad cilindro/placa Peltier.
5 Unidad de control electrónico	Proporciona el control electrónico necesario para la unidad de cilindro/placa Peltier.

### 6.2.2 Descripción del reómetro

Las principales partes de las que consta el Reómetro CVO-100 se especifican a continuación (Figura 9 y Tabla 2):



Figura 9. Elementos del reómetro CVO-100.

Tabla 2. Descripción de los elementos que componen el reómetro CVO-100

Elemento	Descripción
1 Panel de control:	Proporciona acceso por teclado para controlar el equipo.
2 Rodamiento	Motor de cojinete de aire de alta especificación con el par motor (torque), posición, <i>gap</i> (distancia), control de fuerza normal y también control de

Elemento	Descripción
	medición.
<b>3 Portabroca (torno de sujeción):</b>	Fija la geometría superior en su lugar.
<b>4 Cubierta de plástico:</b>	Cubre la placa inferior (controlador de temperatura). El reómetro tiene una caja de control independiente, que está conectado a la parte posterior del equipo.
<b>5 Pies ajustables:</b>	Para la nivelación del equipo.

Sistema de control de temperatura cilindro/placa Peltier: la principal ventaja de este sistema (Figura 10) es la capacidad de rapidez para el calentamiento y/o enfriamiento de la muestra a cualquier temperatura dentro del rango de funcionamiento de la unidad (rango  $-30^{\circ}\text{C}$  a  $200^{\circ}\text{C}$ ). El sistema consta de la unidad de Peltier, bomba de agua, cables de interconexión y una unidad electrónica adicional (o caja de control Peltier). Hay que suministrar agua refrigerada si el sistema Peltier es utilizado a bajas temperaturas ( $< -5^{\circ}\text{C}$ ).



Figura 10. Detalle del sistema de control de  $T^{\circ}$ .

### 6.2.3 Descripción del panel de control

En la Figura 11 se muestra el panel de control del reómetro y se describen las funciones que se pueden realizar desde el mismo (Tabla 3):

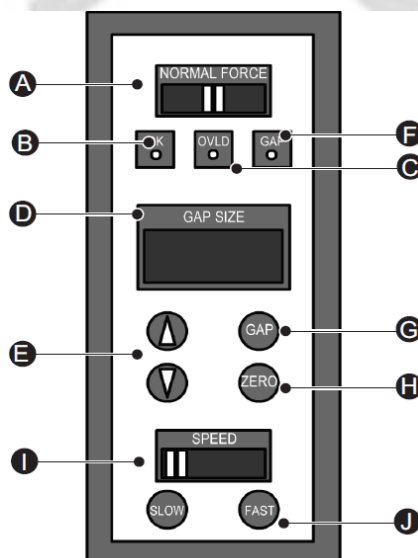


Figura 11. Panel frontal de control del reómetro CVO-100 (Malvern Instruments).

Tabla 3. Descripción del panel frontal del equipo reómetro CVO-100.

Elemento	Descripción
<b>A</b> <b>Normal Force:</b>	Indicador de la fuerza normal. Una barra doble en el centro no muestra ninguna fuerza normal ( $\pm 500$ g). Las barras a la izquierda muestran una fuerza normal negativa (es decir, tirando hacia abajo de la geometría), mientras que las barras a la derecha indican una fuerza normal positiva (empujando hacia arriba en la geometría). Cada barra indica una carga de 500g. Si la fuerza normal es demasiado alta (en cualquier sentido) la luz de sobrecarga se ilumina. Cuando se sobrecarga, el motor no se mueve hacia arriba o hacia abajo, hasta que la fuerza normal se reduzca.
<b>B</b> <b>OK</b>	Indica que el equipo está listo para realizar una medición o ajuste de la separación ( <i>gap</i> ).
<b>C</b> <b>OVL'D</b> (indicador de luz de sobrecarga):	Indica si la fuerza normal se vuelve demasiado alta. El reómetro no se moverá hacia arriba o hacia abajo en este estado.
<b>D</b> <b>GAP SIZE</b> (Tamaño de separación):	Si la luz (OK) está encendida, el valor mostrado es la <i>gap</i> actual. Si la luz (OK) está apagada y la <i>gap light</i> (F) está encendida, muestra el espacio requerido. Esta pantalla también indica los mensajes de estado.
<b>E</b> <b>Subir/bajar la cabeza de medición:</b>	Permite mover la cabeza de medición y geometría hacia arriba o hacia abajo. Cuando se mueve hacia abajo, la cabeza continuará hasta que se cumpla el valor de medida. Si la cabeza se mueve hacia arriba o hacia abajo, pulsar brevemente la tecla de dirección opuesta en el panel de



Elemento	Descripción
	control y se detendrá el movimiento de la cabeza de medición.
<b>F</b> <b>GAP light:</b>	Se enciende cuando la separación todavía no se ha establecido. Para establecer un nuevo valor se ajusta con las flechas arriba y abajo. Si la <i>gap light</i> está parpadeando, el equipo está en "modo captura" y la separación está siendo ajustada.
<b>G</b> <b>GAP</b> (Ajuste de la separación):	Hay dos métodos de uso: <u>Modo de ajuste de separación:</u> pulsar brevemente el botón GAP para entrar en el modo de ajuste de separación. La pantalla muestra el espacio necesario, que puede ajustarse mediante el uso de las flechas arriba y abajo. Pulsar el botón GAP nuevamente para aceptar el valor en la pantalla. La <i>gap light</i> se apagará y se encenderá la luz de OK. <u>Modo de captura de separación:</u> pulsar y mantener pulsado el botón para entrar en modo de captura de <i>gap</i> . La luz de OK se apagará y la <i>gap light</i> parpadeará. Utilizar las teclas de flecha arriba y abajo para el ajuste. La cabeza de medición se mueve para que coincida con el valor mostrado. Pulsar el botón GAP de nuevo para aceptar la nueva separación. La <i>gap light</i> se apagará y se encenderá la luz de OK.
<b>H</b> <b>ZERO:</b>	Al pulsar este botón se activará la puesta a cero automática del equipo. Este botón también permite "fuerza cero" si está en el modo de separación ( <i>Gap mode</i> ).
<b>I</b> <b>Speed</b> (Indicador de velocidad):	Las barras representan la velocidad del equipo para el ajuste de separación. La velocidad máxima está representada cuando todas las barras se iluminan. La velocidad se ajusta mediante los botones <i>FAST</i> y <i>SLOW</i> (J).
<b>J</b> <b>FAST/SLOW:</b>	Aumento /disminución de la velocidad de movimiento vertical. El ajuste de velocidad es sólo efectivo cuando la parte superior del sistema de medición es cercana a la inferior (aprox. 5 mm).

#### 6.2.4 Tipo de geometrías de medición.

Las características de las geometrías utilizadas para la medición son las siguientes, Figura 12:

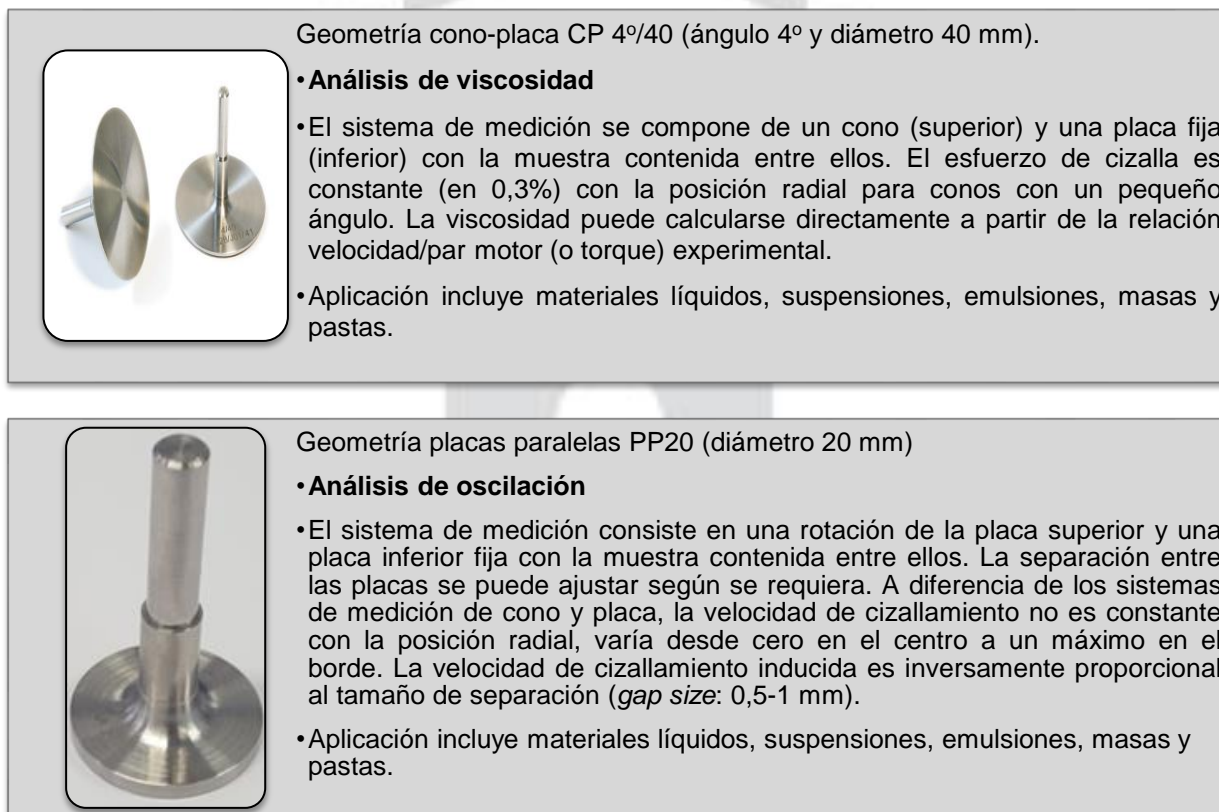


Figura 12. Características de la geometría de medición.

La colocación de la geometría en el reómetro, se detalla en la Figura 13:



Figura 13. Colocación de la geometría.

## 6.3 CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS

### 6.3.1 Preparación de la muestra

La preparación de muestras deberá ser llevada a cabo por el personal del Servicio como tratamiento previo al análisis de la muestra en el equipo. Se trata de un método no destructivo. En general, las muestras no necesitan un pretratamiento específico, únicamente

tener la cantidad adecuada para la medición. Tanto por exceso como por defecto de la cantidad de muestra, provocará errores en los datos.

## 6.4 REALIZACIÓN DEL ANÁLISIS

### 6.4.1 Condiciones de uso

- i. Comprobar que la bomba contiene agua y asegurarse que el agua fluye a través de la unidad de Peltier, controlar visualmente el flujo de agua.

**IMPORTANTE:** *La bomba de agua no debe quedarse nunca sin agua.*

Para rellenarla, desenroscar la tapa, rellenar con agua destilada y añadir un poco de líquido anticongelante (de coche) que evitará que se críen algas en la bomba.

- ii. Encender el aire y comprobar el flujo (4 bar y 3 bar).

**IMPORTANTE:** *Primero el aire antes de encender el equipo.*

- iii. Encender el peltier (control T<sup>a</sup>).
- iv. Encender el reómetro (interruptor detrás del equipo).
- v. Encender el ordenador y elegir en el programa informático entre los dos tipos de análisis: ventana de viscosidad o de oscilación.
- vi. Comprobar la correcta comunicación entre los equipos y el software, así como la salida de aire (comprobar que el lugar de anclaje de la geometría gira).
- vii. Antes usar las geometrías asegurarse que están limpias y sin rayaduras.

### 6.4.2 Colocar la geometría

- i. Cerrar la presilla.
- ii. Aflojar la tuerca donde se enrosca la geometría.
- iii. Colocar la geometría.
  - **PP 20** para las medidas de oscilación.

- **CP 4º/40** para las medidas de viscosidad.

### 6.4.3 Medir Zero

Antes de lanzar el análisis de una muestra siempre medir el ZERO con la presilla cerrada.

- Pulsar el botón de subida ▲
- Esperar a que coja el *GAP SIZE*. Marcará en torno a 7000 (7 mm).
- Pulsar *Zero*.
- Esperar a que indique OK y *GAP ZERO*. Una vez que haya terminado, la geometría quedará pegada al peltier. Para poner la muestra será necesario subirla un poco. Para ello pulsar el botón de subida ▲

**IMPORTANTE:** *no subirla hasta el tope porque el equipo entendería que hay que volver a tomar el Zero. En este momento ya está medido el Zero por lo que no se puede quitar, ni aflojar la geometría porque perdería la distancia y el ajuste. Si fuese imprescindible aflojarla o quitarla, habría que volver a medir el Zero.*

### 6.4.4 Colocación de la muestra

- Levantar la geometría hasta tener un espacio suficiente para colocar la muestra.
- Colocar la muestra en el centro del peltier calculando aproximadamente el diámetro para que coincida con el diámetro de la geometría.
- Bajar la geometría. Pulsar el botón ▼ cuando la geometría llega a su tope, se para (por eso es importante no aflojarla ni quitarla una vez medido el cero).
- Eliminar el sobrante de la muestra (lo que queda por fuera de la geometría) con papel o con una espátula de plástico.

Comprobar que queda repartida homogéneamente por la geometría (Figura 14). En caso de que no llegue bien por un extremo, se puede abrir la presilla y girar la geometría un poco con la mano. Si, aun así, no hay suficiente muestra, subir la geometría un poco, y añadir más muestra, volver a bajarla y eliminar el sobrante.

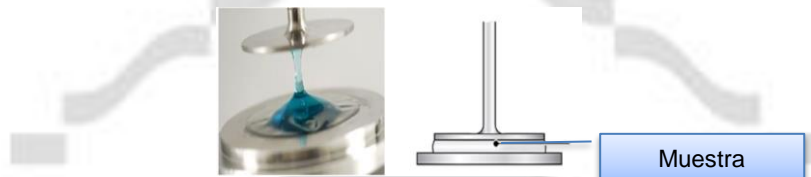


Figura 14. Colocación de la muestra con una geometría cono-placa.

5. Una vez puesta la muestra y bien ajustada por los bordes de la geometría, se colocan las tapas cubre-peltier para evitar que la muestra pueda salpicar, Figura 15:



Figura 15. Geometría y tapa cubre Peltier.

#### 6.4.5 Programación del software

Elegir el análisis a realizar:

##### A. Determinación de la viscosidad:

- Estudio variando la velocidad en régimen isoterma.
- Estudio variando la temperatura a velocidad fija.

##### B. Ensayo mediante oscilación

Para comenzar, seleccionar la opción abrir del menú principal (*file* → *open Standards Test*), tal como se muestra en la Figura 16:

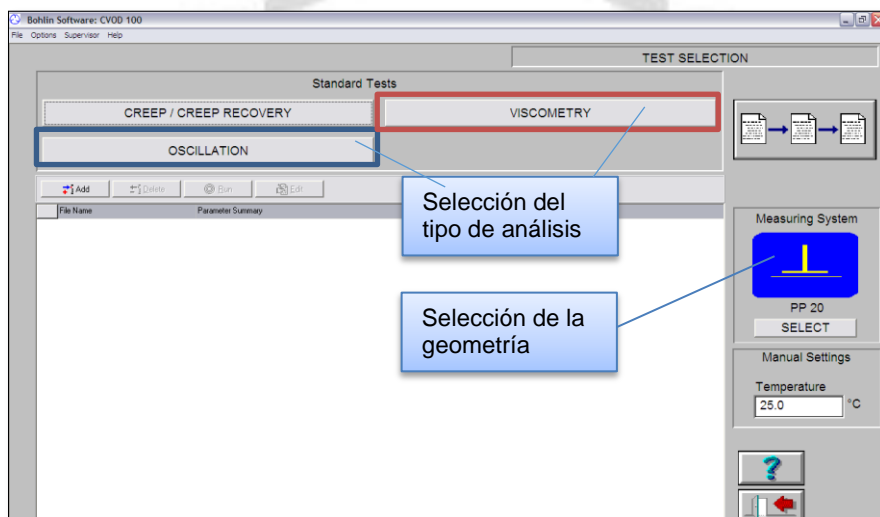


Figura 16. Selección del tipo de análisis y geometría.

Una vez elegido el análisis, se debe comprobar que la geometría que tiene seleccionado el programa es la correcta (ventana azul a la derecha de la pantalla, Figura 16). En caso contrario, cambiarla pulsando en el icono *Measuring System* y seleccionar la adecuada (Figura 17).

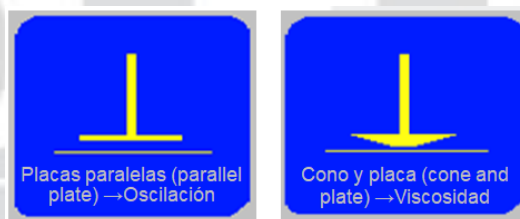


Figura 17. Selección de la geometría.

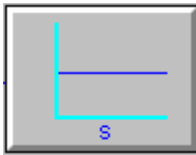
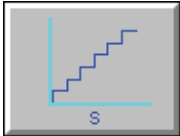
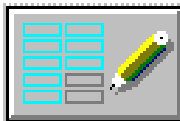
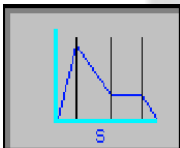
En ambas opciones de medición, hay dos ventanas en las que se debe ajustar los parámetros de análisis de interés.

**IMPORTANTE:** el ajuste de todos los parámetros debe definirlos el usuario (el técnico responsable puede orientar pero el usuario debe saber qué es lo que quiere realizar en la medición).

#### A. Determinación de la viscosidad:

1. Haga clic en el botón (arriba) para mostrar la ventana **Viscometry Parameters:**

- i. Selección del esfuerzo de cizalla (*shear stress*) o velocidad de cizalla (*shear rate*), las opciones que muestra el programa son:

Opción	Explicación
	<p><b>Single shear.</b> Se realiza una medición de la viscosidad con un único valor especificado de velocidad de cizallamiento (o esfuerzo cortante). Es útil para el estudio de la reología de una muestra en función del tiempo o durante una rampa de temperatura. Si la opción de esfuerzo de cizalla continua está seleccionada, se aplicará durante todo el análisis, de lo contrario sólo se aplicará mientras se está realizando la medición. También deben especificarse el tiempo de retardo, tiempo de integración y otros parámetros para la medición.</p>
 <i>Table of shears</i>  <i>Edit table</i>	<p>Se realiza un barrido de medidas de viscosidad a diferentes velocidades de cizallamiento (o esfuerzo cortante) seleccionadas. También deben especificarse el tiempo de retardo, tiempo de integración, y otros parámetros para la medición. Para configurar la tabla, pulsar editar tabla (<i>edit table</i>) y dar un valor inicial, un valor máximo, indicar el nº puntos de medición requeridos, y si se desea que los valores sean uniformemente espaciados sobre una escala lineal o sobre una escala logarítmica de tasa de cizalla. Otra opción, es seleccionar todos los valores que aparecen en la tabla (<i>table of shears</i>), dando un clic en el botón <i>All</i> y luego, pulsar OK, Figura 18.</p>
	<p><b>Shear profile.</b> Este modo permite producir curvas de flujo rápido. Y también permite realizar la medición del rendimiento de tensión (sólo en modo <i>controlled stress</i>). Se deben realizar las siguientes especificaciones:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>Start shear</i>: introducir el valor mínimo de cizalla requerido.</li> <li>- <i>End shear</i>: introducir el valor máximo de cizalla requerido.</li> <li>- <i>Sweep direction</i>: seleccionar la dirección de barrido, por ejemplo UP significa de los valores más bajos a los más altos.</li> <li>- <i>Yield analysis</i>: esta opción es para realizar un análisis de rendimiento automático, (<i>sweep direction</i> aplicado será UP).</li> <li>- <i>Thixotropic analysis</i>: esta opción es para realizar un análisis tixotrópico automático, (<i>sweep direction</i> aplicado será UP&amp;DOWN).</li> <li>- <i>Analysis by region</i>: este modelo permite el ajuste para ser aplicado a las distintas regiones del perfil, cuando hay más de una región.</li> <li>- <i>Maximum speed</i>: esta opción permite realizar una rampa de tensión hasta una velocidad específica. Si esa velocidad es alcanzada antes de terminar la rampa, la prueba se detiene. Esta opción ofrece la ventaja de medición de muy bajos índices de cizalla disponibles con modo <i>controlled stress</i> y limitar la velocidad máxima para detener la muestra antes que se produzca fractura.</li> </ul>

Opción	Explicación
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>Range</i>: se selecciona una progresión lineal o logarítmica de cizalla.</li> <li>- <i>Sweep time</i>: se selecciona el tiempo total de barrido.</li> <li>- <i>Number of samples</i>: se selecciona el nº de puntos de medición durante el barrido.</li> </ul>

En la Figura 18 se muestra como configurar una tabla de velocidades de cizalla (o esfuerzo cortante), *table of Shears*:

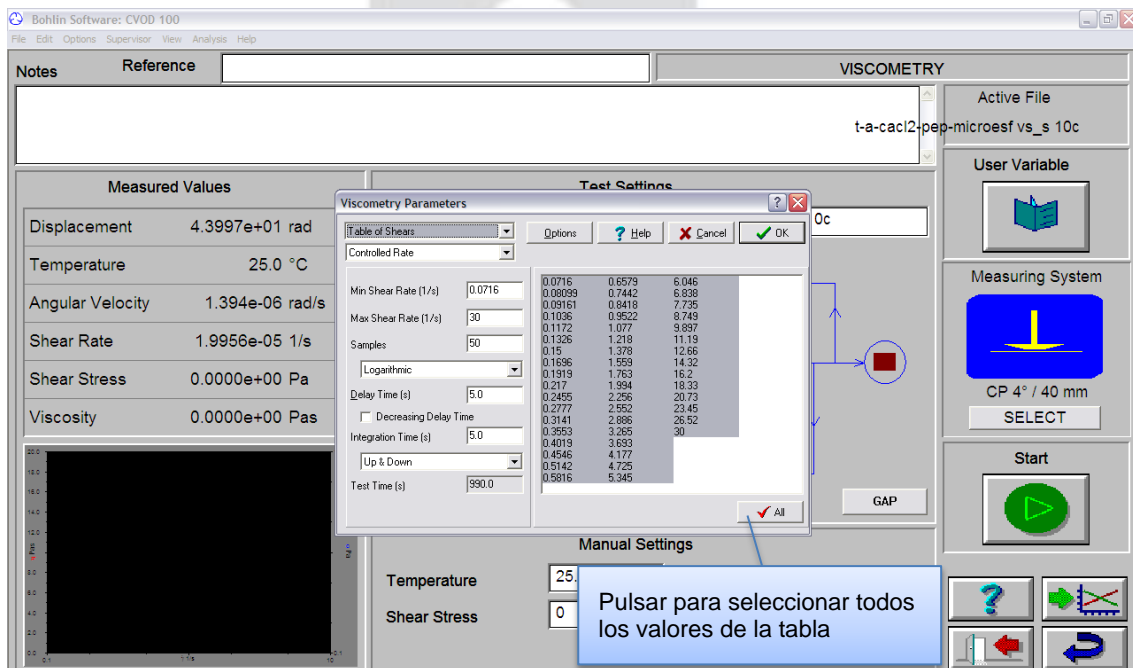


Figura 18. Configuración de una tabla de velocidades de cizalla (o esfuerzo cortante).

**IMPORTANTE:** siempre que se realice una tabla del parámetro que sea, hay que seleccionar todos los puntos pues, de lo contrario, sólo tomará el primer punto.

- ii. Seleccionar el tiempo de integración, *Integration time*, la opción más habitual es “Up & down”, Figura 19.

Para cualquier medida individual de tasa de cizalla constante, la velocidad de cizallamiento será un valor constante. Tras imponer esa constante de velocidad de cizallamiento en la muestra, el reómetro espera un tiempo determinado denominado tiempo de retardo (*delay time*) antes de recopilar los datos. Una vez que ha transcurrido el tiempo de retardo, el



software recoge el valor de la tasa de cizalla medida durante un período de tiempo llamado tiempo de integración (*integration time*).

El estrés promedio durante el tiempo de integración es el valor medido del estrés en estado estacionario (*steady state stress*) para la prueba. El software del equipo no comprueba si la tensión era realmente constante durante el análisis; más bien informa del valor promedio. Por lo tanto, es importante elegir estos intervalos de tiempo adecuadamente (Figura 19). En general, estos parámetros serán diferentes para cada tipo de material.

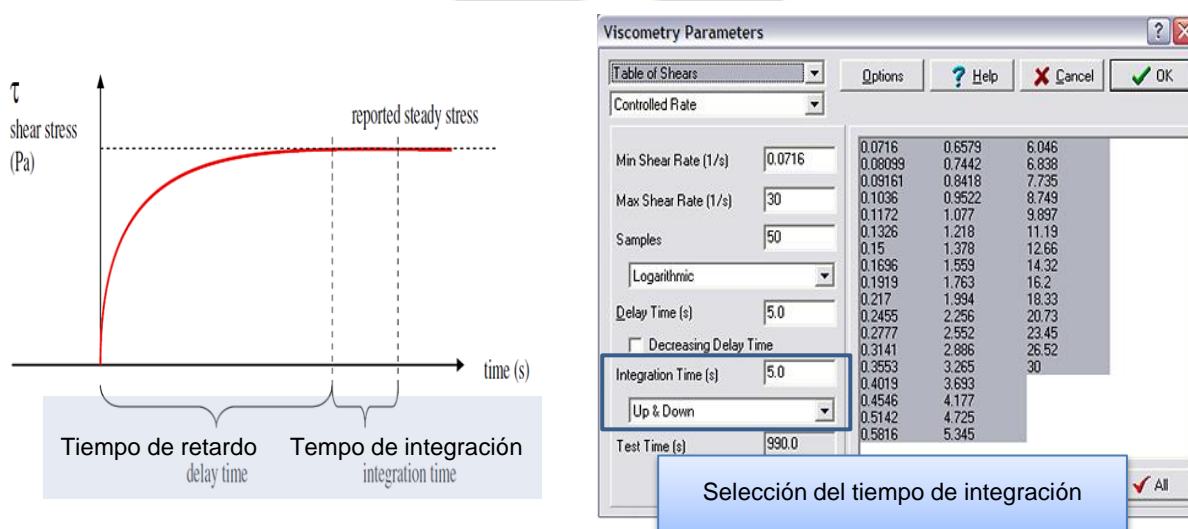
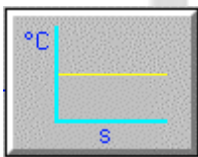
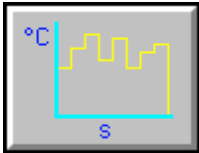
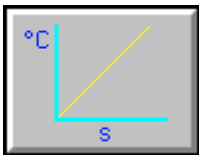


Figura 19. Selección del tiempo de integración.

- El tiempo total de análisis, *test time* (en segundos) viene dado por:  
(tiempo de retardo + tiempo de integración + tiempo de espera) x n<sup>o</sup> de muestras
- 2. Seleccionar **Temperature Parameters**: en los parámetros de control de temperatura, se pueden elegir diferentes opciones, según proceda.

Opción	Explicación
	<p><b>Isothermal.</b> Modo isoterma (Figura 20a): toda la prueba se realiza a la temperatura seleccionada.</p>

Opción	Explicación
	<b>Create temperature table.</b> Crear una tabla de temperatura (Figura 20b): el análisis se puede repetir hasta con 100 valores de temperaturas diferentes (en cualquier orden).
	<b>Temperature Gradient.</b> Otro modo de operación es configurar un gradiente de temperatura, se realiza un barrido lineal de temperatura a una velocidad de rampa definida. Sólo puede utilizarse este modo en combinación con una sola prueba de frecuencia o de cizalla. El barrido puede ser un incremento o una disminución de la temperatura.

3. Con el programa se puede elegir entre dos tipos de análisis:

- a) Estudio variando la velocidad con una temperatura fija.
- b) Estudio con la velocidad fija y variando la temperatura.

Cuadro de diálogo *Manual Setting*:

Manual Settings	
Temperature	<input type="text" value="25.0"/> °C
Shear Stress	<input type="text" value="0"/> Pa

**IMPORTANTE:** la temperatura, va a depender del tipo de material en estudio, porque pueden ser sensibles a la temperatura y pueden gelificar, en este caso, interesa que esté refrigerada.

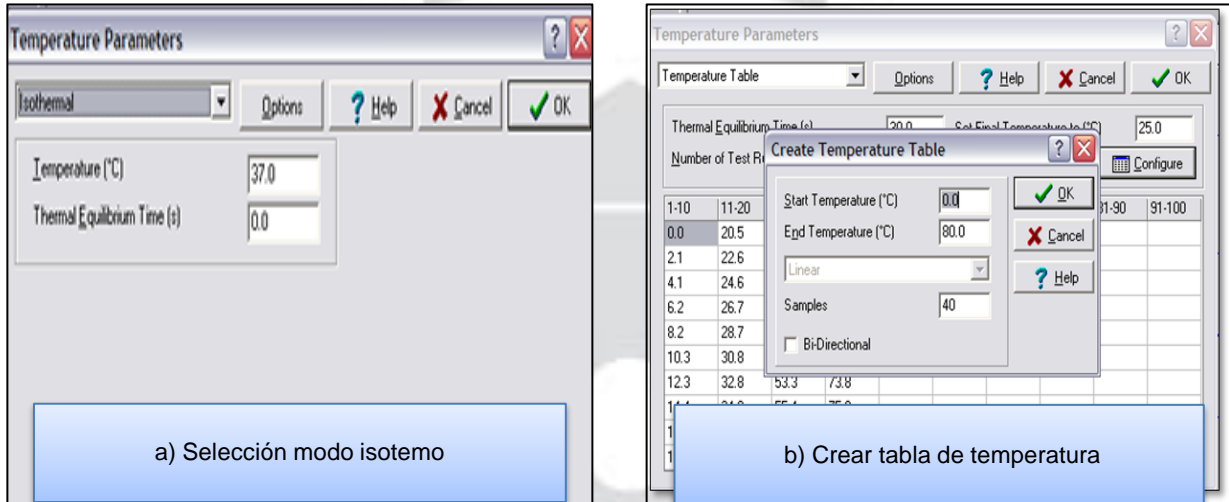


Figura 20. Selección de los parámetros de temperatura, a) modo isotermo y b) creación de una tabla de temperatura.

#### 4. Realización de la medida

Una vez elegidos, ajustados y guardados todos los parámetros de análisis, [ABRIR LA PRESILLA.](#)

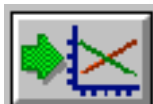
**IMPORTANTE:** no ejecutar nunca el análisis con la presilla cerrada pues se rompería el anclaje de la geometría.



Presionar el botón *Start* (lado derecho de la pantalla) para ejecutar el análisis.



Si en cualquier momento se desea cancelar el análisis presionar el botón *Abort test* (lado derecho de la pantalla).



Para visualizar la evolución del análisis se puede pulsar en el icono de las gráficas (lado derecho de la pantalla, debajo del botón *Start*), Figura 21:

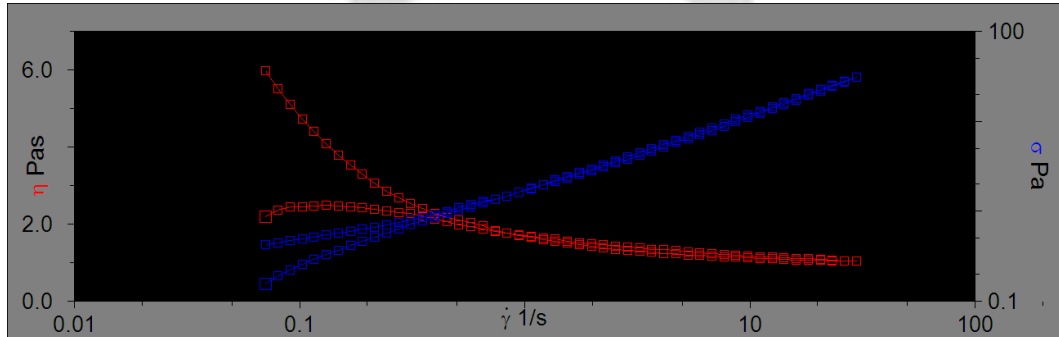


Figura 21. Evolución del análisis para determinar la viscosidad.

## B. Ensayo mediante oscilación para determinar el módulo viscoso, módulo elástico y ángulo de fase:

1. En la ventana de los parámetros, *Manual settings*, (Figura 22) se puede seleccionar el tipo de frecuencia, el rango de la misma, el tiempo de integración, el esfuerzo de cizalla a aplicar, etc.

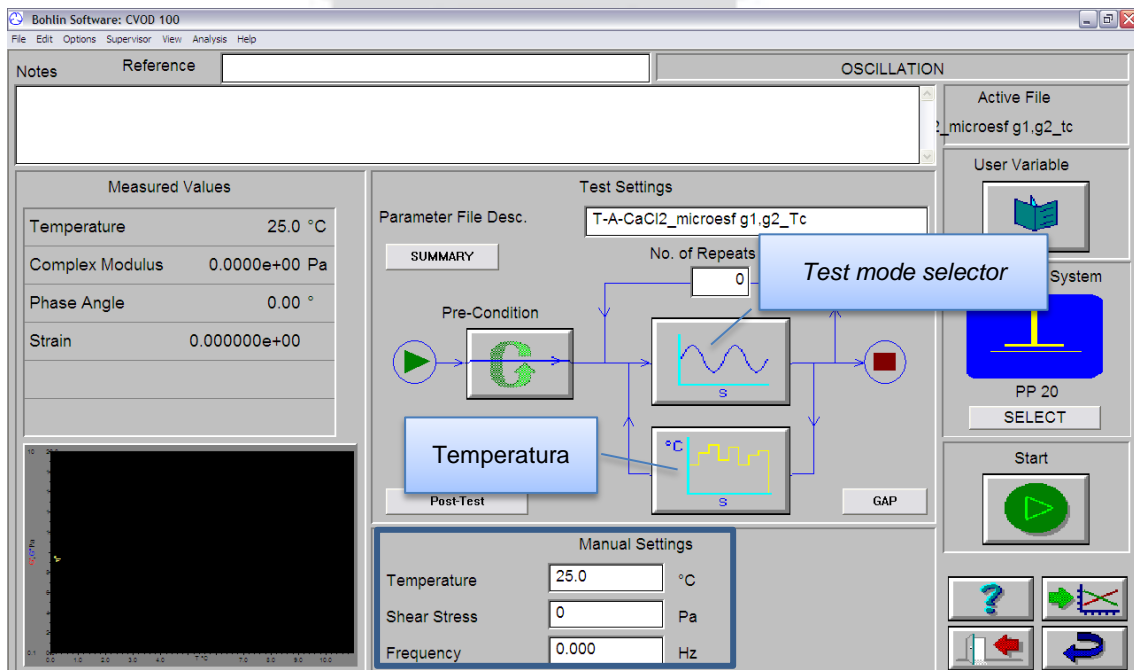
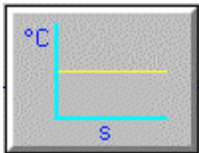
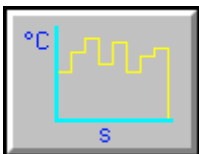
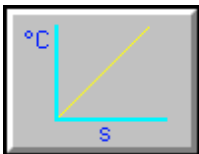


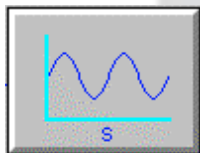
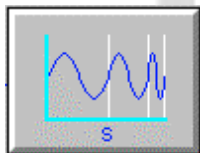
Figura 22. Definición de parámetros para el ensayo de oscilación.

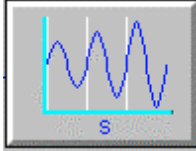
2. Seleccionar **Temperature Parameters**: en los parámetros de control de temperatura, se pueden seleccionar diferentes opciones, según proceda.

Opción	Explicación
	<b>Isothermal.</b> Modo isotermo: toda la prueba se realiza a la temperatura seleccionada.
	<b>Create temperature table.</b> Crear tabla de temperatura: el análisis se puede repetir hasta con 100 valores de temperaturas diferentes (en cualquier orden).
	<b>Temperature Gradient.</b> Otro modo de operación es configurar gradiente de temperatura, se realiza un barrido lineal de temperatura a una velocidad de rampa definida. Sólo puede utilizarse este modo en combinación con una sola prueba de frecuencia o de cizalla. El barrido puede ser un incremento o una disminución de la temperatura.

**IMPORTANTE:** siempre que se realice una tabla del parámetro que sea, hay que seleccionar todos los puntos pues, de lo contrario, sólo tomará el primer punto.

3. Seleccionar los parámetros para la medición (Figura 23), **Oscillation Test Parameters**, las opciones que muestra el programa son:

Opción	Explicación
	<b>Single frequency.</b> Esta opción aplica una frecuencia fija con un valor de tensión o esfuerzo cortante fijo. Este tipo de análisis es útil para estudiar la reología de una muestra en función del tiempo o durante una rampa de temperatura. Se debe especificar el valor de la frecuencia, elegir entre <i>controlled stress</i> o <i>auto stress</i> y otros parámetros del análisis.
	<b>Frequency sweep.</b> Este modo de operación permite estudiar las propiedades viscoelásticas en función de la frecuencia (Figura 23). Seleccionar una tabla de frecuencia en términos de mínima y máxima frecuencia, así como el número de puntos necesarios. El ángulo de fase ( <i>phase shift</i> , $\delta$ ) entre el esfuerzo ( $\sigma$ ) y la deformación ( $\gamma$ ) y el módulo complejo ( $G^*$ ) es medido para el período de muestreo y luego se calculan las otras funciones viscoelásticas. El número de períodos utilizados en el análisis se puede configurar a través de las opciones de oscilación ( <i>oscillation options</i> ).

Opción	Explicación
	<b>Amplitude sweep.</b> Este modo permite determinar la región de respuesta viscoelástico lineal de una muestra (LVR). Se introduce los valores de tensión o valores de deformación. Cabe señalar sin embargo, que el LVR de una muestra está siempre en función de la tensión relacionada.

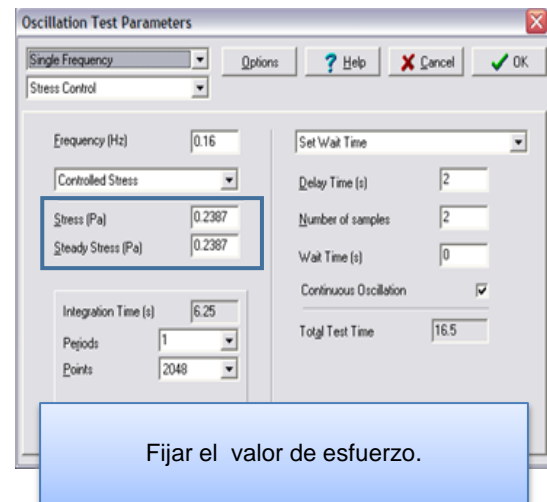
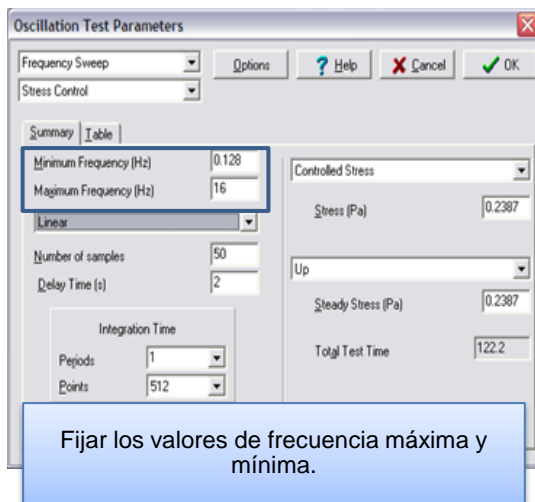


Figura 23. Selección de los parámetros para el ensayo de oscilación.

A continuación se muestran algunos ejemplos de la representación del módulo elástico ( $G'$ ) y del módulo viscoso ( $G''$ ), una vez finalizado el análisis.

Ejemplo de representación del módulo elástico ( $G'$ ) y del módulo viscoso ( $G''$ ) en función de la temperatura, Figura 24:

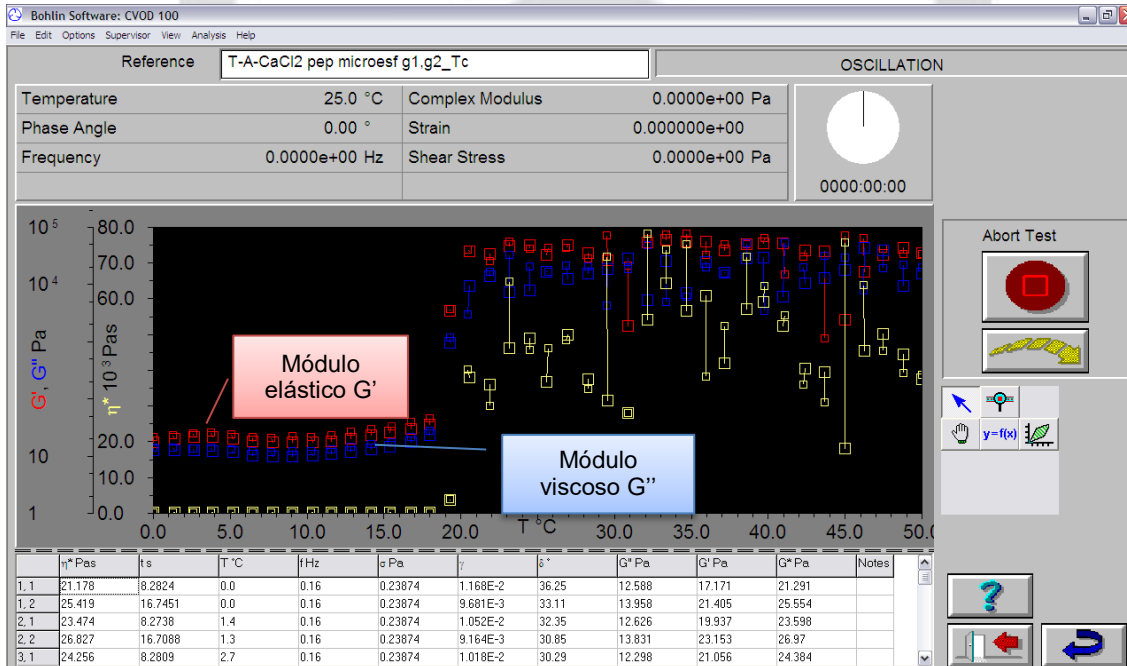


Figura 24. Representación del módulo viscoso y del módulo elástico. Efecto de la temperatura.

Ejemplo de representación del módulo elástico ( $G'$ ) y del módulo viscoso ( $G''$ ) en función de la frecuencia, Figura 25:

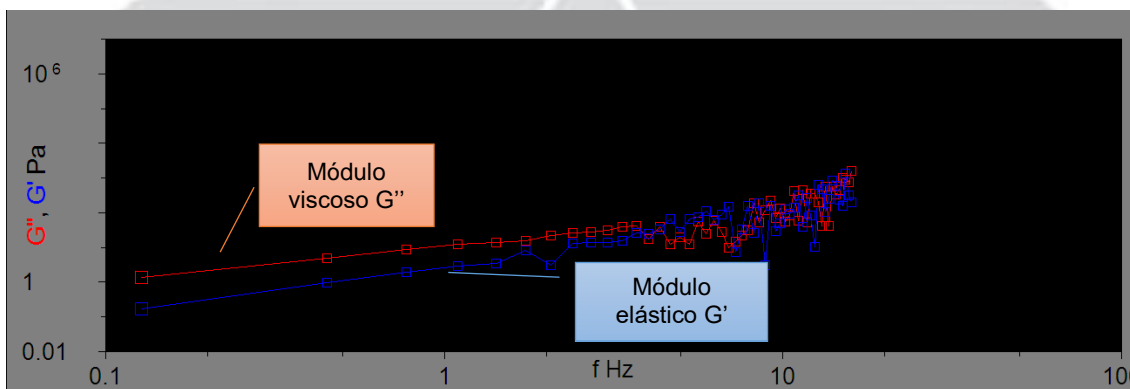


Figura 25. Representación del módulo viscoso y del módulo elástico. Efecto de la frecuencia.

Los problemas detectados durante el análisis de la muestra en el reómetro deberán ser registrados por el Personal del Servicio en el “Libro de Incidencias” (R.10/PG.07) y en la

“Ficha Técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06), indicando si es necesaria la reparación del equipo por parte del Servicio Técnico.

## 6.5 TRATAMIENTOS DE DATOS

**IMPORTANTE:** Una vez finalizado el análisis **GUARDAR EL RESULTADO**, pues no lo hace por defecto (No cerrar la ventana hasta **GUARDAR** los resultados).

Los datos y parámetros generados por el equipo se guardan con “save as”. Hay que tener en cuenta que se abrirán dos pestañas, una correspondiente a los parámetros (*parameters \*pow*) y otra, contiene los datos (*\*dow*) del análisis. Guardar ambas.

Los datos se pueden exportar a otros programas para su posterior análisis y presentación. Para exportar los datos seleccionar en la ventana de datos:

- **GRÁFICA:** *File* → *plot*, seleccionar dónde se quiere guardar el archivo (carpeta “resultados usuarios” en el escritorio), dar nombre que termine en \*.xps.

*Edit* → *Copy graph to clipboard*.

- **DATOS:** *File* → *export* → *user defined*. Se abrirá una ventana nueva y sobre ella, *export* → *save to file*. Seleccionar dónde se quiere guardar el archivo (carpeta “resultados usuarios” en el escritorio), dar nombre que termine en \*.txt. Es un formato texto donde el usuario podrá pegar sus datos en el programa que quiera (hoja de cálculo (Excel), etc.
- **IMPRIMIR:** para imprimir: *Print* → *pdf creator*.

## 6.6 APAGADO DEL EQUIPO

1. Una vez que el equipo esté limpio, cerrar el programa.
2. Apagar el reómetro (interruptor detrás del reómetro).
3. Apagar el sistema de control de temperatura Peltier.
4. Cerrar el programa y apagar el ordenador.



5. Cerrar el suministro de aire comprimido **SÓLO** cuando el equipo esté apagado.

## 6.7 CALIBRACIÓN/VERIFICACIÓN DEL EQUIPO

Ejecutar una verificación con la muestra de referencia (geles patrones) cada 6 meses. Anotarlo en el Registro "Ficha técnica e Historial de equipo" (R.02/PG-06)

Se realiza el análisis de viscoelasticidad y viscosidad con el material de referencia correspondiente:

- **Viscoelasticidad: Batch 08E060**

- i. Condiciones para la medición:

- Geometría: PP 20 (placas paralelas)
- Modo de control de temperatura: isoterma a  $T = 25\text{ °C}$
- *Thermal Equilibrium Time*: 300 s

- ii. Valores de la medición a  $T = 25\text{ °C}$ , Tabla 4:

Tabla 4. Valores de calibración con el material de referencia de viscoelasticidad.

Frecuencia [Hz]	Módulo $G'$ [Pa]	Módulo $G''$ [Pa]
0,1	4870	9718
0,886	28971	26806
0,10	83531	36660

- **Viscosidad: Oil N° U2400**

- i. Condiciones para la medición:

- *Shear Stress* = 22.74 Pa
- Geometría: CP 4°/ 40 (Cono y placa)

- ii. Valores de la medición de viscosidad dentro de  $\pm 5\%$  del valor, Tabla 5:

**Tabla 5. Valores de calibración con el material de referencia de viscosidad.**

Temperatura [°C]	Viscosidad [cp]
20	1609
23	1259
25	1074
30	735,5

## 6.8 MANTENIMIENTO Y LIMPIEZA DEL EQUIPO

Una vez finalizado el análisis, limpiar cualquier derrame de muestras en el reómetro y limpiar los sistemas de medición utilizados.

Retire el sistema de medición:

1. Quitar las tapas cubre-peltier y subir la geometría con ▲
2. Cuando se tenga espacio suficiente, retirar los restos de muestra del peltier y de la geometría.

**Nota:** siempre con papel o con la espátula de plástico, de lo contrario se podrían rallar alguna de las piezas.

3. Lavar con agua destilada y después con 2-propanol.
4. Quitar la geometría y lavar en el fregadero con un poco de agua y detergente, frotándola con los dedos (con guantes). Enjuagar con agua destilada, después con 2-propanol y secar con papel. Las tapas cubre-peltier se lavan del mismo modo.

**Con una frecuencia semanal (en función de uso):** comprobar la línea de aire y filtros para detectar signos de agua o aceite. Cambiar los filtros si es necesario.

## 7 REGISTROS / ANEXOS

Registro/Anexo	Código	Responsable archivo	Soporte	Tiempo conservación
Protocolo de uso del Reómetro	Anexo 1	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años
Uso del Reómetro	R.01/IT-LCPM-10	Personal del Servicio	Papel/Digital	3 años

## ANEXO 1: PROTOCOLO DE USO DEL REÓMETRO

### Cuestiones previas

- ✓ Comprobar que la bomba contiene agua y asegurarse que el agua fluye a través de la unidad de Peltier, controlar visualmente el flujo de agua.

**IMPORTANTE:** no debe quedarse nunca sin agua.

Para rellenarla, desenroscar la tapa, rellenar con agua destilada y añadir un poco de líquido anticongelante del coche que evitará que críen algas en la bomba.

- ✓ Encender el aire y comprobar el flujo (4 bar y 3 bar).

**IMPORTANTE:** Primero el aire antes de encender el equipo.

- ✓ Encender el peltier (control T<sup>a</sup>)
- ✓ Encender el reómetro (interruptor detrás del reómetro).
- ✓ Encender el programa informático y elegir entre los dos tipos de análisis: ventana de viscosidad o de oscilación.
- ✓ Comprobar la correcta comunicación entre los equipos y el software, así como la salida de aire (comprobar que el lugar de anclaje de la geometría gira).

### Protocolo de medida

#### COLOCAR LA GEOMETRÍA

1. Cerrar la presilla.
2. Aflojar la tuerca donde se enrosca la geometría.
3. Colocar la geometría.
  - **PP 20** para las medidas de [oscilación](#)
  - **4º/40** para las medidas de [viscosidad](#)

#### MEDIR ZERO

Antes de lanzar el análisis de una muestra SIEMPRE medir el ZERO con la presilla cerrada.

1. Pulsar el botón de subida ▲
2. Esperar a que coja el *GAP SIZE*. Marcará en torno a 7000 (7 mm).
3. Pulsar Zero.
4. Esperar a que indique OK y *GAP ZERO*. Una vez que haya terminado, la geometría quedará pegada al peltier. Para poner la muestra será necesario subirla un poco. Para ello
5. pulsar el botón de subida ▲

**IMPORTANTE:** no subirla hasta el tope porque el equipo entendería que hay que volver a tomar el Zero. En este momento ya está medido el Zero por lo que no se puede quitar, ni aflojar la geometría porque perdería la distancia y el ajuste. Si fuese imprescindible aflojarla o quitarla,

*habría que volver a medir el Zero.*

### COLOCACIÓN DE LA MUESTRA

1. Levantar la geometría hasta tener un espacio suficiente para colocar la muestra.
2. Colocar la muestra en el centro del peltier calculando aproximadamente el diámetro para que coincida con el diámetro de la geometría.
3. Bajar la geometría. Pulsar el botón ▼ Cuando la geometría llega a su tope, se para (por eso es importante no aflojarla ni quitarla una vez medido el cero).
4. Eliminar el sobrante de la muestra (lo que queda por fuera de la geometría) con papel o con una espátula de plástico.

Comprobar que queda repartida homogéneamente por la geometría. En caso de que no llegue bien por un extremo, se puede abrir la presilla y girar la geometría un poco con la mano. Si, aun así, no hay suficiente muestra, subir la geometría un poco, añadir más muestra, volver a bajarla y eliminar el sobrante.

5. Una vez puesta la muestra y bien ajustada por los bordes de la geometría, ponemos las tapas cubre-peltier para evitar que la muestra pueda salpicar.

### Programación del software

Elegir el análisis a realizar:

- Análisis mediante oscilación (determinación del módulo viscoso, módulo elástico y ángulo de fase)
- Análisis de la viscosidad

Una vez elegido el análisis, se debe comprobar que la geometría que tiene seleccionado el programa es la correcta (ventana azul a la derecha de la pantalla). En caso contrario, cambiarla pulsando en el icono *Measuring System* y seleccionar la adecuada. En ambas opciones hay dos ventanas en las que se debe ajustar los parámetros de análisis de interés.

**IMPORTANTE:** *el ajuste de todos los parámetros debe definirlos el usuario (el técnico responsable puede orientar pero el usuario debe saber qué es lo que quiere realizar en la medición).*

### Condiciones para el análisis mediante oscilación

1. En la ventana de los parámetros, *Manual settings*, se puede seleccionar el tipo de frecuencia, el rango de la misma, el tiempo de integración, el esfuerzo de cizalla a aplicar, etc.
2. En la ventana **Temperature Parameters** se puede seleccionar el rango, un gradiente, o una tabla, etc.

**IMPORTANTE:** *siempre que se realice una tabla del parámetro que sea, hay que seleccionar todos los puntos pues, de lo contrario, sólo tomará el primer punto.*

3. Seleccionar los parámetros para la medición **Oscillation Test Parameters**

### Condiciones para el análisis de viscosidad

1. En la ventana **Viscometry Parameters** se selecciona el esfuerzo de cizalla o velocidad de cizalla.
2. Seleccionar el tiempo de integración, *Integration time*, la opción más habitual es "Up & down".
3. En la ventana **Temperature Parameters** se puede seleccionar el rango, un gradiente, o una tabla, etc.
4. Con el programa se puede elegir entre dos tipos de análisis (Cuadro de diálogo *Manual Setting*):
  - Estudio variando la velocidad con una temperatura fija.
  - Estudio con la velocidad fija y variando la temperatura.

**IMPORTANTE:** *la temperatura, va a depender del tipo de material en estudio, porque pueden ser sensibles a la temperatura y pueden gelificar, en este caso, interesa que esté refrigerada.*

#### Realización de la medida

Una vez elegidos, ajustados y guardados todos los parámetros de análisis, **ABRIR LA PRESILLA.**

**IMPORTANTE:** *no ejecutar nunca el análisis con la presilla cerrada pues se rompería el anclaje de la geometría.*

Presionar el botón *Start* (lado derecho de la pantalla) para ejecutar el análisis.

Para visualizar la evolución del análisis se puede pulsar en el icono de las gráficas (lado derecho de la pantalla, debajo del botón de *Start*).

#### Procesamiento de datos

**IMPORTANTE:** *Una vez finalizado el análisis GUARDAR EL RESULTADO, pues no lo hace por defecto (No cerrar la ventana hasta GUARDAR los resultados).*

Los datos y parámetros generados por el equipo se guardan con "save as". Hay que tener en cuenta que se abrirán dos pestañas, una correspondiente a los parámetros (*parameters \*pow*) y otra, contiene los datos (*\*dow*) del análisis. Guardar ambas.

Los datos se pueden exportar a otros programas para su posterior análisis y presentación. Para exportar los datos seleccionar en la ventana de datos:

- **GRÁFICA:** *File*→*plot.*, seleccionar dónde se quiere guardar el archivo (carpeta "resultados usuarios" en el escritorio), dar nombre que termine en \*.xps.  
*Edit* → *Copy graph to clipboard.*
- **DATOS:** *File*→*export*→*user defined.* Se abrirá una ventana nueva y sobre ella, *export*→*save to file.* Seleccionar dónde se quiere guardar el archivo (carpeta "resultados usuarios" en el escritorio), dar nombre que termine en \*.txt. Es un formato texto donde el usuario podrá pegar sus datos en el programa que quiera (hoja de cálculo (Excel), etc.  
Para imprimir: *Print*→ *pdf creator.*

#### Mantenimiento y limpieza del equipo

Una vez finalizado el análisis, limpiar cualquier derrame de muestras en el reómetro y limpiar los sistemas de medición utilizados.

Retire el sistema de medición:

1. Quitar las tapas cubre-peltier y subir la geometría con ▲
2. Cuando se tenga espacio suficiente, retirar los restos de muestra del peltier y de la geometría.  
**Nota:** siempre con papel o con la espátula de plástico, de lo contrario se podrían rallar alguna de las piezas.
3. Lavar con agua destilada y después con 2-propanol.
4. Quitar la geometría y lavar en el fregadero con un poco de agua y detergente, frotándola con los dedos (con guantes). Enjuagar con agua destilada, después con 2-propanol y secar con papel. Las tapas cubre-peltier se lavan del mismo modo.

**Con una frecuencia semanal (en función de uso):** comprobar la línea de aire y filtros para detectar signos de agua o aceite. Cambiar los filtros si es necesario.

#### Apagado del equipo

1. Una vez que el equipo esté limpio, cerrar el programa.
2. Apagar el reómetro (interruptor detrás del reómetro).
3. Apagar el sistema de control de temperatura Peltier.
4. Cerrar el programa y apagar el ordenador.
5. Cerrar el suministro de aire comprimido **SÓLO** cuando el equipo esté apagado.

#### Verificación

Ejecutar una verificación cada 6 meses (según frecuencia de uso) con la muestra de referencia (geles patrones).

Se realiza el análisis de viscoelasticidad y viscosidad con el material de referencia correspondiente (ver especificaciones en la IT-LCPM-10):

- Viscoelasticidad: Batch 08E060
- Viscosidad: Oil U2400

**Nota:** se realizará una copia impresa del “Protocolo uso del Reómetro” y se colocará al lado del equipo para su consulta.

## Registro “Uso del Reómetro”

<b>Referencia</b>	R.01/IT-LCPM-10
<b>Rev.</b>	01

ID:		Usuario	
Fecha:		Operador:	
Código de muestra:		Geometría:	
Tiempo de uso:			
Experimento:	<input type="checkbox"/> Amplitud	<input type="checkbox"/> Frecuencia	<input type="checkbox"/> Temperatura <input type="checkbox"/> Viscosidad
Localización Resultados:	Soporte Digital <input type="checkbox"/>	Soporte en papel <input type="checkbox"/>	
Observaciones:			



# MANEJO DEL ANALIZADOR DE PARTÍCULAS ZETASIZER NANO ZS

ELABORADO/REVISADO	REVISADO	APROBADO
FECHA:	FECHA:	FECHA:
Firma:	Firma:	Firma:
RESPONSABLE DEL SERVICIO	RESPONSABLE DE CALIDAD	DIRECTOR
Nombre: Enrique González Cabrera	Nombre: Antonio Santos Delgado	Nombre: José Luis Rodríguez Marrero

## MODIFICACIONES A LA EDICIÓN ANTERIOR

--

## CONTROL DE DISTRIBUCIÓN

Destinatario:
Nº de copia controlada:

## 1. OBJETO

Establecer el procedimiento para la utilización del analizador de partículas Zetasizer que determina el tamaño de partículas, el peso molecular y el potencial zeta en el análisis de muestras.

## 2. ALCANCE

Este procedimiento debe realizarse cuando se reciban muestras para la caracterización del tamaño de partícula, determinación del peso molecular y el potencial Z, mediante el equipo Zetasizer Nano ZS modelo ZEN 3600, Malvern Instruments Ld., (nº de serie MAL500514).

## 3 RESPONSABILIDADES

La utilización del analizador de partículas Zetasizer Nano ZS está restringida al personal del Servicio que posea la correspondiente cualificación y que esté recogida en el "Registro de cualificación" (R.03/PG-05).

Este equipo podrá ser utilizado por personal cualificado para este fin, siempre bajo supervisión del personal del Servicio. Queda prohibida su manipulación por toda persona no cualificada.

Los usuarios internos que posean la correspondiente cualificación reconocida y que está recogida en la "Ficha de cualificación del usuario" (R.05/PG-07) podrán hacer uso del analizador de partículas Zetasizer Nano ZS en modo autoservicio, una vez que el personal del Servicio haya preparado el equipo de acuerdo con la correspondiente solicitud.

El seguimiento e implantación de esta instrucción técnica será responsabilidad del Responsable / Técnico / Becario del Servicio:

### RESPONSABLE DEL SERVICIO

Supervisará y comprobará la correcta preparación y medida realizada por el técnico y/o becario del Servicio.

## TÉCNICO DEL SERVICIO

- Recibir, custodiar y mantener en las condiciones adecuadas las muestras de los usuarios que han sido depositadas en el Servicio.
- Conocer el correcto funcionamiento del equipo en la realización de ensayos en el analizador de partículas Zetasizer Nano ZS
- Conocer y utilizar correctamente el software del equipo y otros programas para el tratamiento de los resultados obtenidos.
- Limpieza del material de laboratorio.
- Realizar las tareas de mantenimiento necesarias para el buen funcionamiento del equipo.
- Mantener al menos la cantidad mínima requerida de material en el laboratorio para efectuar los análisis y actualizado el listado de inventario del Anexo I: Material y accesorios, incluido en el Registro “Ficha técnica e historial de equipo” (R.02/PG-06).
- Solicitar la compra de materiales cuando sea necesario siguiendo el Procedimiento General “Gestión de compras” (PG-02).
- Realizar las tareas de verificación y calibración del equipo en los periodos establecidos descritos en el Registro “Plan de calibración/verificación de equipos” (R.01/PG-06) y anotarlo “Ficha técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06).
- Cumplir con las normas de seguridad establecidas en el Servicio.
- Utilizar los equipos de protección de seguridad necesarios.
- Vigilar el equipo durante la realización de este procedimiento. No dejar descuidado el equipo o al menos sin las medidas de seguridad adecuadas.
- Impedir que otras personas manipulen y realicen ensayos con el equipo.

- Informar al Responsable del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Garantizar la confidencialidad de los datos y resultados que se obtengan durante los estudios realizados en el Servicio.

### BECARIO

- Ejecutar el procedimiento de análisis de muestras para medidas del tamaño de partícula cuando sea preciso.
- Colaborar en todas las tareas que el Técnico del Servicio le indique.
- Conocer el correcto funcionamiento del equipo que va a utilizar.
- Informar al Técnico del Servicio de cualquier incidencia con relación al desarrollo de sus actividades.
- Asumir las responsabilidades del Técnico del Servicio en ausencia del mismo.

### **4. DEFINICIONES**

**CÉLULA**: Lugar en donde se hace pasar la muestra a través del haz del analizador. Está constituida por un par de ventanas que permiten que el láser atraviese la muestra.

**DISPERSIÓN DINÁMICA DE LUZ**: (DLS, de sus siglas en inglés *Dynamic Light Scattering*) es también conocida como espectroscopía de correlación de fotones (PCS) y como difracción cuasi-elástica de luz (QELS, de sus siglas en inglés *Quasi-Elastic Light Scattering*). Es una técnica no invasiva, que requiere poco volumen para el análisis de una muestra y se emplea para la medición del tamaño de partícula a nivel submicrónico. Mide el movimiento browniano de las nanopartículas y lo relaciona con su tamaño nanométrico.

**POTENCIAL ZETA**: es una medida de la magnitud de la repulsión o atracción entre las partículas, y por lo tanto puede ser utilizado para predecir su estabilidad. Las mediciones de potencial Z se realizan de forma indirecta a través de medidas de dispersión de luz en presencia de un campo eléctrico.

SOP: Procedimiento Operativo Estándar.

## 5. DIAGRAMA DE FLUJO

No aplica.

## 6. DESARROLLO

- **Determinación de la distribución y tamaño de partículas en solución**

### ***Principio de funcionamiento***

La dispersión dinámica de la luz (*Dynamic Light Scattering, DLS*), es una técnica que mide la difusión de las partículas debido al movimiento browniano y lo relaciona con el tamaño de las partículas. En un equipo de DLS, las partículas en la muestra dispersan la luz en diferentes direcciones, la cual incide en ellas desde una fuente de luz láser a una determinada longitud de onda. La luz dispersada es recibida por un detector óptico y fluctúa con el tiempo debido al movimiento browniano de las partículas.

El movimiento browniano es el desplazamiento aleatorio de las partículas debido al bombardeo de las moléculas del disolvente que las rodean. Y depende del tamaño de las partículas; las partículas más grandes se mueven más lentamente (menores coeficientes de difusión), de la temperatura y de la viscosidad del medio dispersante.

La temperatura debe ser conocida con exactitud porque es necesario especificar la viscosidad y ambas están relacionadas. A mayor temperatura mayor será el movimiento Browniano. La temperatura debe ser estable para que no existan corrientes de convección en la muestra que daría errores en la interpretación del tamaño (Malvern Instruments).

La velocidad del movimiento Browniano se define por una propiedad conocida como coeficiente de difusión traslacional (D) y se relaciona con el tamaño de la partícula por medio de la ecuación de Stokes-Einstein, Ec.1:

$$Dh = \frac{kT}{3\pi\eta D} \quad [Ec. 1]$$

donde:

$D_h$  es el diámetro hidrodinámico

$D$  es el coeficiente de difusión traslacional ( $m^2 s^{-1}$ )

$k$  la constante de Boltzmann, ( $k=1.38 \times 10^{-23} J/K$ )

$T$  es la temperatura absoluta (K)

$\eta$  es la viscosidad dinámica o absoluta del medio ( $Nsm^{-2}$ )

Las fluctuaciones de intensidad a lo largo del tiempo se detectan utilizando un detector de fotodiodos de avalancha (APD) y son dependientes del tamaño de partícula como se puede observar en la Figura 1:

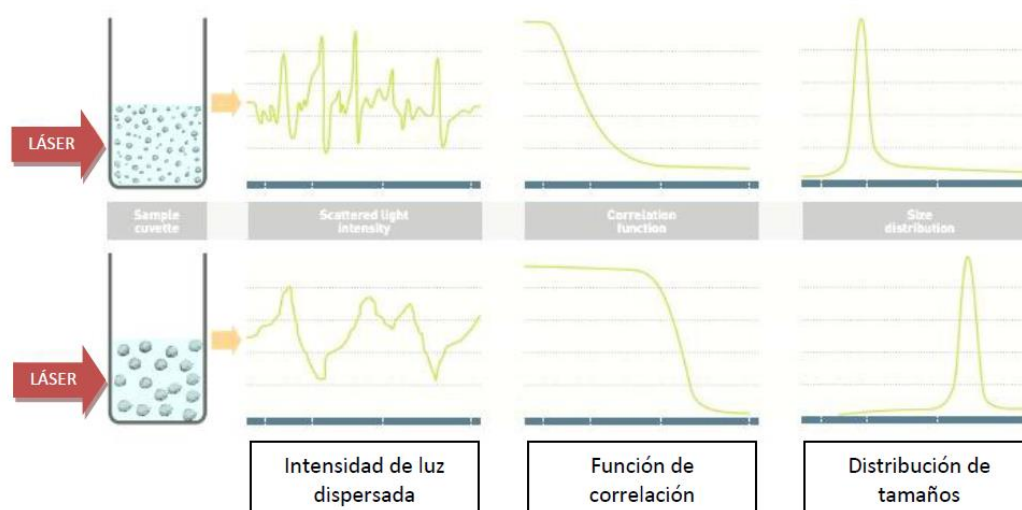


Figura 1. Representación del comportamiento de la luz al interactuar con partículas pequeñas o grandes en suspensión [Malvern Instruments]

Los cambios de intensidad se analizan generando una función de correlación (Figura 1) de la que se obtiene la siguiente información:

El tiempo en el que la señal empieza a decaer informa sobre el diámetro medio de partícula.

La pendiente da información sobre la polidispersidad de la distribución (PDI). Y la línea base da información sobre la presencia de partículas grandes o agregados.

**IMPORTANTE:** Cuando las muestras sean líquidos newtonianos (soluciones de sales simples o muestras muy diluidas) puede usarse el valor de la viscosidad medida por

*cualquier método actual, independientemente del “shear rate”. Incluso podrá usarse el valor de la viscosidad del propio dispersante, ya que la viscosidad de la muestra original es muy similar a la del dispersante. Mientras que para líquidos no newtonianos o muestras con alta concentración, se recomienda usar el valor de la viscosidad real de la muestra a cada concentración, para compensar el efecto que tiene ésta concentración sobre la viscosidad y evitar la influencia que tiene dicho valor sobre el tamaño de partícula medido (Malvern Instruments).*

### **DLS-NIBS™: Dynamic Light Scattering- Non Invasive Back Scattering.**

Esta técnica patentada por Malvern Instruments mide la difracción de luz a un ángulo de  $173^\circ$  y transmisión a  $12,8^\circ$ , por ello se le denomina detección de gran ángulo (*backscatter detection*). Las ópticas de detección no están en contacto con la muestra (técnica no invasiva) y la posición del punto de medida en la célula es variable, para minimizar señales de interferencias.

Las ventajas que ofrece esta técnica son:

- El haz incidente no tiene que atravesar toda la muestra. Esto reduce el efecto conocido como “multiple scattering”, donde la luz dispersada de una partícula es dispersada a su vez por otra partícula, generando dispersiones de luz múltiples. En éste caso, al pasar la luz por una pequeña longitud de paso sobre la muestra, ésta puede ser medida a altas concentraciones.
- Los contaminantes como partículas de polvo sobre el dispersante generalmente son muy grandes con el tamaño habitual medido y dado que dispersan la luz más sobre la dirección frontal, el efecto de ésta contaminación es mucho menor.
- El efecto “multiple scattering” es mínimo a  $173^\circ$ , por tanto permite ser medida la muestra a una mayor concentración.

## Determinación de la carga superficial de las partículas en solución

### *Principio de funcionamiento*

El desarrollo de una carga neta en la superficie de una partícula, afecta la distribución de iones de la región interfacial circundante. Esto provoca un aumento de la concentración de iones de carga opuesta (contra-iones) en zonas próximas a la superficie de la partícula, así como a la repulsión de iones de la misma carga. La distribución de los iones alrededor de la partícula está descrita por el modelo de la doble capa eléctrica que se representa en la Figura 2 dividiéndose la región que rodea a la superficie en dos:

- a) Capa más próxima a la superficie o capa de Stern formada por los contra-iones que interaccionan fuertemente con la superficie.
- b) Capa exterior o capa difusa en donde los iones interaccionan más débilmente con la superficie, cuyo límite exterior se denomina plano de deslizamiento.

El potencial eléctrico generado por la superficie y medido en el límite de deslizamiento se conoce como potencial zeta ( $\xi$ ). Así pues, se define el potencial Z como la diferencia de potencial entre un punto de la superficie de la partícula y un punto en la superficie de la bicapa. Puesto que el potencial Z depende de la densidad de carga en el interior de la bicapa, su valor puede dar información sobre la adsorción de iones en la interfase partícula-líquido. Además, la carga eléctrica sobre una partícula puede afectar drásticamente a la interacción entre partículas dispersas y, por tanto, a la estabilidad de la dispersión, el potencial Z es de gran interés práctico para la caracterización de dispersiones. Si las partículas tienen un potencial zeta muy positivo o negativo, se repelen las unas a las otras, originando una dispersión estable. Sin embargo, si las partículas tienen valores pequeños de potencial zeta, no existe una repulsión lo suficientemente alta como para evitar la agregación, y por tanto, la desestabilización de la dispersión. Como límite teórico entre dispersiones estables e inestables se toma el valor de  $\pm 30$  mV.



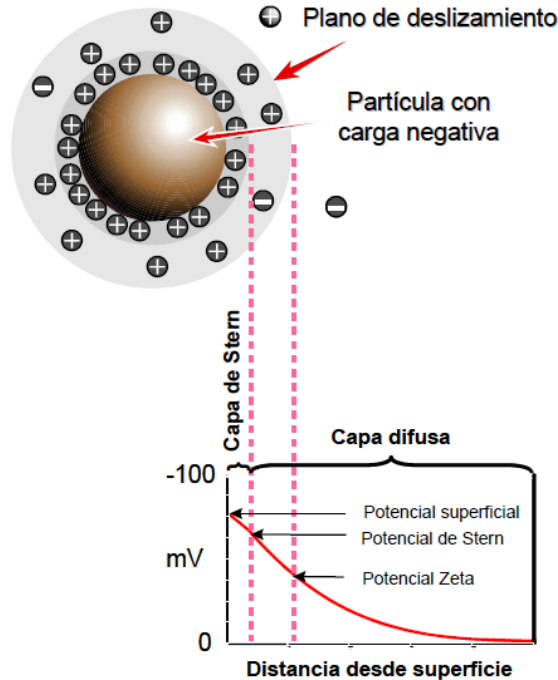


Figura 2. Esquema de una partícula cargada y la doble capa que la rodea [Malvern Instruments].

El factor más importante que afecta al potencial Z es el pH. La curva del potencial Z frente al pH será positiva a bajos valores de pH y negativa a pH altos como se indica en la Figura 3. El punto donde la curva pasa por 0 de potencial Z se denomina punto isoeléctrico y es el punto donde normalmente el sistema es menos estable, por lo que tiene mucha importancia desde una consideración práctica.

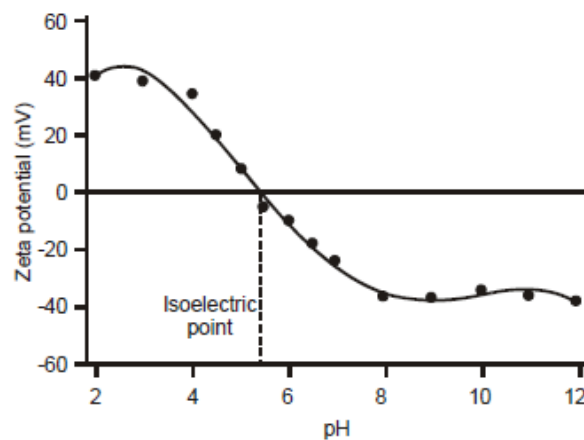


Figura 3. Variación del potencial zeta con el pH [Malvern Instruments].

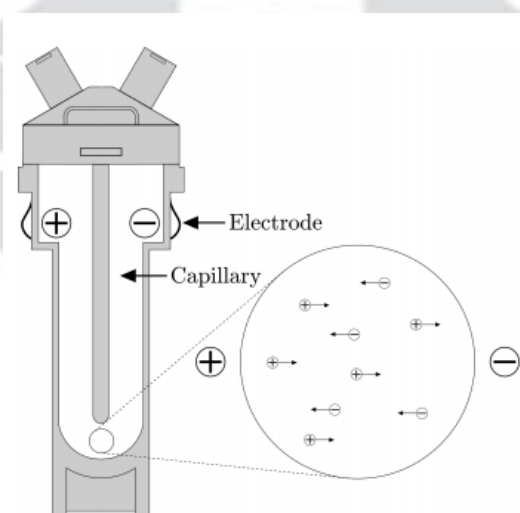
Una importante consecuencia de la existencia de cargas eléctricas sobre superficies es que éstas exhibirán ciertos efectos en presencia de un campo eléctrico, denominándose como efectos electrocinéticos (electroforesis y electro-ósmosis).

### **Electroforesis**

Uno de estos efectos es el de la electroforesis, es decir, el movimiento de una partícula cargada en relación al líquido en el que está suspendida mediante aplicación de un campo eléctrico. Cuando un campo eléctrico se aplica a través de un electrolito, las partículas cargadas suspendidas en el electrolito son atraídas hacia electrodos de cargas opuestas, moviéndose con una velocidad característica dependiendo del campo eléctrico aplicado, del potencial  $Z$ , de la constante dieléctrica y de la viscosidad del medio. La velocidad de una partícula por unidad de campo eléctrico aplicado se denomina movilidad electroforética.

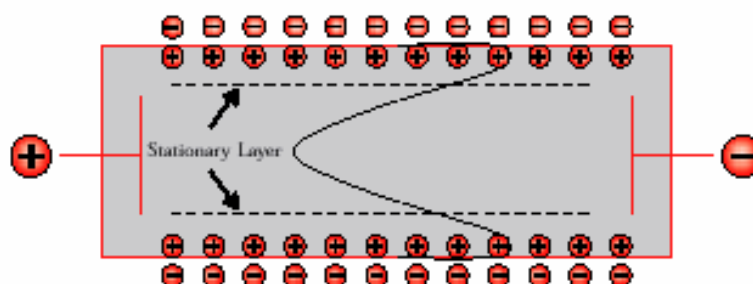
### **Movilidad electroforética**

El Potencial  $Z$  se calcula a través de la movilidad electroforética que es el movimiento de una partícula cargada relativa al líquido, cuando se le aplica un campo eléctrico introduciendo la muestra en una célula capilar (célula de electroforesis). Las partículas son atraídas hacia el electrodo de carga opuesta, Figura 4.



**Figura 4. Célula capilar para la medición del potencial zeta. En los electrodos ubicados a cada lado, el equipo aplica el campo eléctrico [Malvern Instruments].**

En la célula capilar que está cerrada por los extremos, el líquido retorna sobre la parte central de la célula. La movilidad real de la partícula, de la que se desprende el Potencial Z, es medida en la capa estacionaria (*stationary layer*), que corresponde al punto donde se cancela el movimiento del flujo del fluido a lo largo de las paredes de la célula (electro-ósmosis) con el flujo de retorno por el centro de la célula, Figura 5. Esta capa debe ser localizada con precisión. Sin embargo si la electro-ósmosis pudiera ser eliminada, la movilidad de las partículas podría ser medida en cualquier punto de la célula, evitando la necesidad de localizar con precisión el punto de medida adecuado.



**Figura 5. Flujo electro-osmótico en una célula capilar cerrada con un campo inverso aplicado lento. Capa estacionaria.**

El equipo dispone de una unidad óptica provista de un láser He-Ne de 3 mW de potencia y 663 nm de longitud de onda. La luz que emite se desdobra en dos haces que se enfocan en el nivel estacionario de la célula de medida (Figura 6), generándose así un patrón de interferencias. Uno de los haces se conoce como haz de referencia y está alineado con el conjunto receptor, y el otro pasa a través de la muestra saliendo parcialmente dispersado. Tanto el haz de referencia como el haz de luz dispersada por la muestra son recogidos en un fotomultiplicador (Figura 6), que amplifica la señal y la envía a un correlador donde se determina su intensidad (cuentas por segundo) y se construye la función de autocorrelación de la luz dispersada. Esta función es analizada posteriormente con el software para poder analizar el movimiento de las partículas y con él su movilidad electroforética.

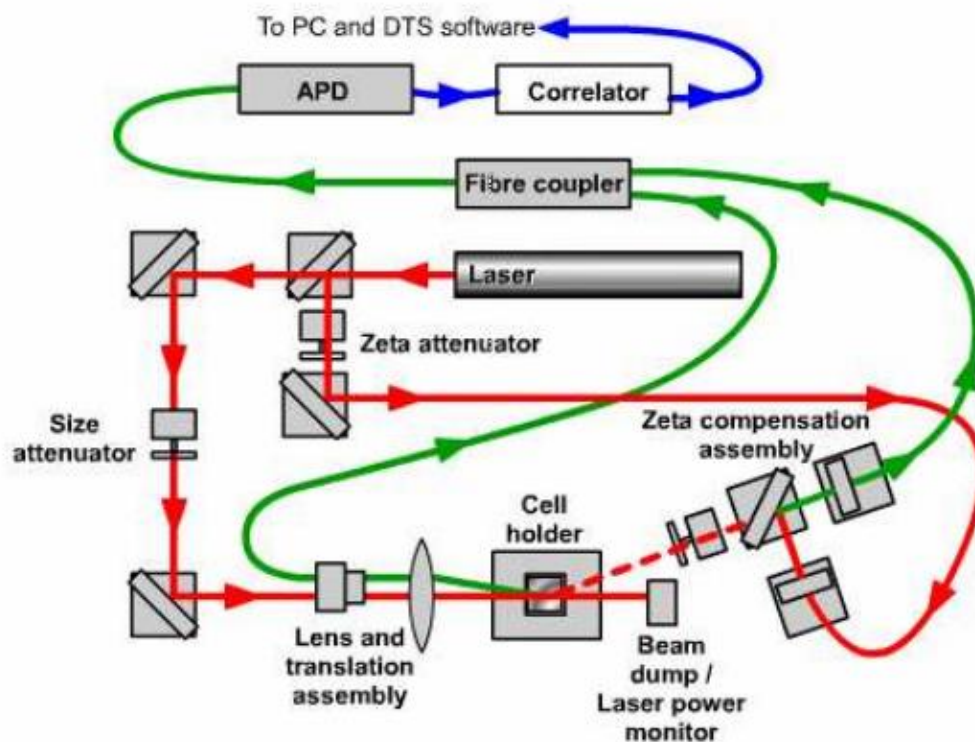


Figura 6. Configuración óptica DLS – *Non Invasive Back Scattering TM* (173°).

La ecuación que relaciona la movilidad electroforética de las partículas con su potencial Z, es la ecuación de Henry, Ec.2:

$$U_E = \frac{2\varepsilon z f(Ka)}{3\eta} \quad [Ec. 2]$$

donde:

z es el potencial Z (mV).

$U_E$  es la movilidad electroforética ( $m^2/V.s$ )

$\varepsilon$  es la constante dieléctrica del medio.

$\eta$  es la viscosidad del medio

$f(Ka)$  representa la función de Henry, que varía entre 1,0 (aproximación de Huckel) o 1,5 (aproximación de Smoluchowski) dependiendo del tamaño de la partícula y la concentración de electrolitos del medio, Figura 7.

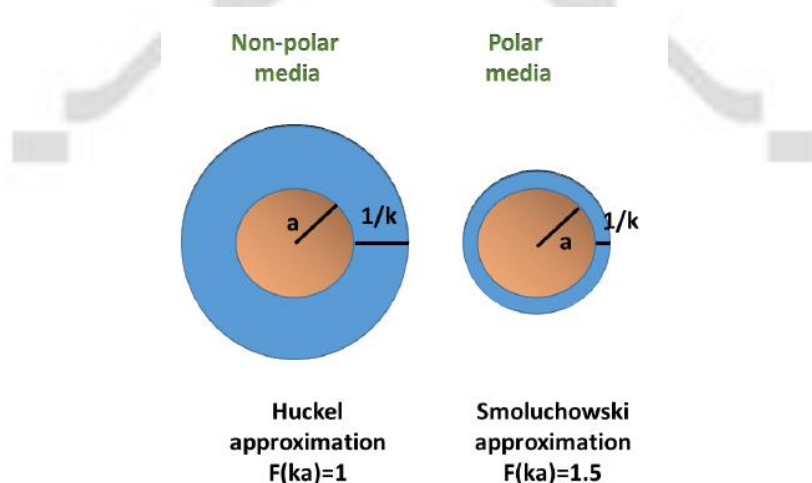


Figura 7. Aproximación de la función de Henry en diferentes medios.

La constante dieléctrica así como la viscosidad son dependientes de la naturaleza del solvente utilizado. La movilidad se calcula a partir de las medidas de dispersión de luz; y la función de Henry se determina teóricamente, de acuerdo al tamaño de la partícula y a la concentración salina del solvente. En este sentido surgen 2 métodos para la determinación del potencial Z: el método de Huckel y el de Smoluchowski.

- *Método de Huckel*

Se utiliza para partículas de tamaños pequeños y/o solventes no acuosos o para soluciones de baja concentración salina. Permite calcular el potencial Z a partir de aproximar la función de Henry a 1 (Ec. 2).

- *Método de Smoluchowski*

Es usado, para partículas mayores a 200 nm y/o para concentraciones salinas de 10 mM, que determina una doble capa electroquímica fina. Permite calcular el potencial Z a partir de aproximar la función de Henry a 1.5 (Ec. 2).

### **M3-PALS™ Mixed Mode Measurement- Phase Analysis Light Scattering**

Esta técnica de medida patentada por Malvern Instruments usa una combinación de las mejores características del método de la capa estacionaria y de la técnica definida como *Fast Field Reversal* (FFR). El equipo usa el sistema *Laser Doppler Velocimetry* (LDV) que

invierte periódicamente el campo aplicado para reducir la inevitable polarización de los electrodos. Normalmente el campo es invertido cada segundo para permitir la estabilización del flujo del fluido. Sin embargo con la técnica FFR, el campo es invertido más rápidamente, entre 25 y 50 veces por segundo, siendo posible mostrar que las partículas alcanzan la velocidad terminal mientras que el flujo del fluido que provoca la electro-osmosis es insignificante, Figura 8.

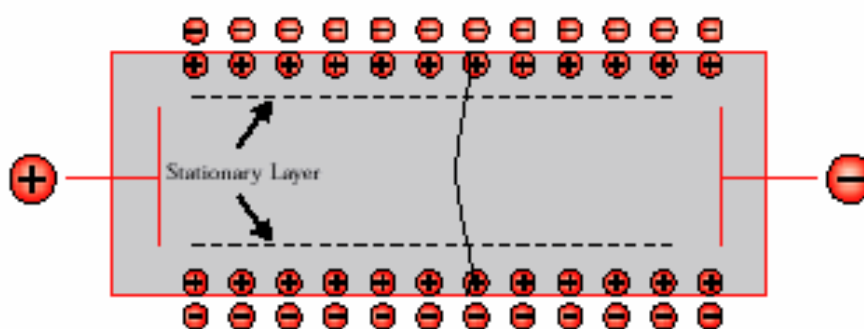


Figura 8. Flujo electro-osmótico con un campo inverso aplicado rápido. Capa estacionaria.

La técnica M3 permite la medida de muestras con conductividades muy altas mediante dos modos de medida (FFR y SFR), evitando el efecto Joule y el efecto de la electro-ósmosis.

- Modo FFR (*Fast Field Reversal*). Elimina la electro-ósmosis aplicando un campo eléctrico alterno a muy alta frecuencia. Proporciona el valor medio de Potencial Z ( $E_p$ ).
- Modo SFR (*Slow Field Reversal*). Aplica un campo eléctrico invirtiéndolo lentamente. Proporciona la distribución de Potencial Z ( $E_o + E_p$ ).

La técnica PALS, de sus siglas en inglés *Phase Analysis Light Scattering* calcula la diferencia de fase, en vez de la diferencia de frecuencia (LDE). Proporciona una sensibilidad de hasta 100 veces mayor que mediante tecnologías tradicionales (Transformada de Fourier, FT).

#### ▪ Determinación del peso molecular promedio

El equipo utiliza la técnica de difusión de luz estática (SLC, de sus siglas en inglés *Static Light Scattering*). La intensidad de la luz dispersa de una macromolécula (proteína o

polímero) es directamente proporcional al producto de su peso molecular por la concentración.

El peso molecular y el 2º coeficiente virial se determinan por la medición de la muestra a diferentes concentraciones y aplicando la ecuación de Rayleigh. La ecuación de Rayleigh describe la intensidad de la luz dispersada de una partícula en solución.

La ecuación de Rayleigh, Ec.3:

$$\frac{KC}{R_{\theta}} = \left( \frac{1}{M_w} + 2A_2C \right) P_{\theta} \quad [Ec. 3]$$

donde:

K, constante óptica

M<sub>w</sub>, peso molecular

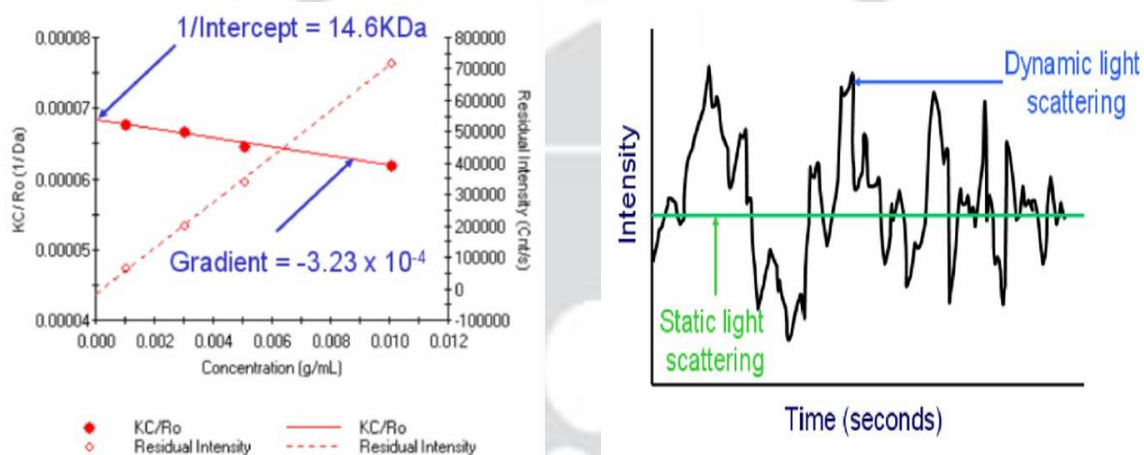
A<sub>2</sub>, 2º coeficiente virial

C, concentración

R<sub>θ</sub>, relación de Rayleigh de la muestra

P<sub>θ</sub>, factor de forma, dependencia angular de la intensidad de la dispersión de la muestra

Para P<sub>θ</sub>=1, la ecuación de Rayleigh queda simplificada. Y si se representan los valores de KC/R<sub>θ</sub> frente a la concentración, por extrapolación se obtiene el valor del peso molecular (intersección con el cero) y el valor del 2º coeficiente. Virial, A<sub>2</sub> (pendiente), Figura 9.



Ejemplo de representación gráfica de los valores de  $KC/R_{\theta}$  frente a la concentración de la muestra.

Difusión de luz estática.

Figura 9. Determinación del peso molecular mediante SLC

## 6.1 EQUIPOS Y MATERIALES

Todo el material y el equipo utilizado se encuentran descritos en el manual del equipo situado en el armario del LCPM-SAT.

- DE.LCPM.08.01 Manual del Zetasizer
- DE.LCPM.08.02 Manual del valorador automático del Zetasizer

El manual de este equipo también se encuentra en versión digital con el título:

- *Zetasizer Nano User Manual (Issue 2.1 y 2.2)*

Además, el material y accesorios necesarios para realizar el procedimiento de análisis estará inventariado y actualizado en el Anexo 1 “Material y accesorios” incluido en el Registro “Ficha técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06).



## 6.2 CARACTERÍSTICAS DEL EQUIPO

### 6.2.1 Descripción del Zetasizer Nano ZS

El Zetasizer Nano- ZS, Malvern Instruments, es un equipo de alta sensibilidad. Está provisto con un láser He-Ne (633 nm) y un correlador digital, modelo ZEN3600. El equipo además, cuenta con un software (SOP) de control que permite crear un entorno de trabajo personalizado donde se definen las variables de control (presión de aire [bar], % vibración de la bandeja, etc.) para cada tipo de ensayo. Tiene un rango de temperatura de 0°C a 90°C y un rango de conductividad de 0 a 200 mS/cm. Las mediciones que se pueden realizar son:

- **El tamaño de partícula.** El principio de la técnica de medida del tamaño de partícula se realiza mediante el proceso patentado *DLS-NIBS™: Dynamic Light Scattering- Non Invasive Back Scattering*. Mide la difracción de la luz con un ángulo de 173°
- **El peso molecular.** El principio de la técnica de medida del peso molecular se realiza por *Static Light Scattering (SLS)*.
- **El potencial Z.** El principio de la técnica de medida potencial Z se realiza mediante el proceso patentado *M3-PALS™: Mixed Mode Measurement- Phase Analysis Light Scattering*.

El rango de análisis para las diferentes mediciones se indica en la Tabla 1:

Tabla 1. Características de medición del Zetasizer Nano ZS.

Potencial Z	Rango de tamaño de partícula	Peso molecular absoluto
<b>M3-PALS™</b> 3,8 nm – 100 µm	<b>DLS-NIBS™</b> 0,3 nm – 10 µm	<b>SLS</b> 980 – 2.10 <sup>7</sup> Da ( <i>Deybe plot</i> ) 342 Da – 2x10 <sup>7</sup> Da (Diámetro hidrodinámico)

### 6.2.2 Unidades del Zetasizer Nano ZS

El analizador de partículas Zetasizer Nano ZS está compuesto por las siguientes unidades (Figura 10 y Tabla 2):

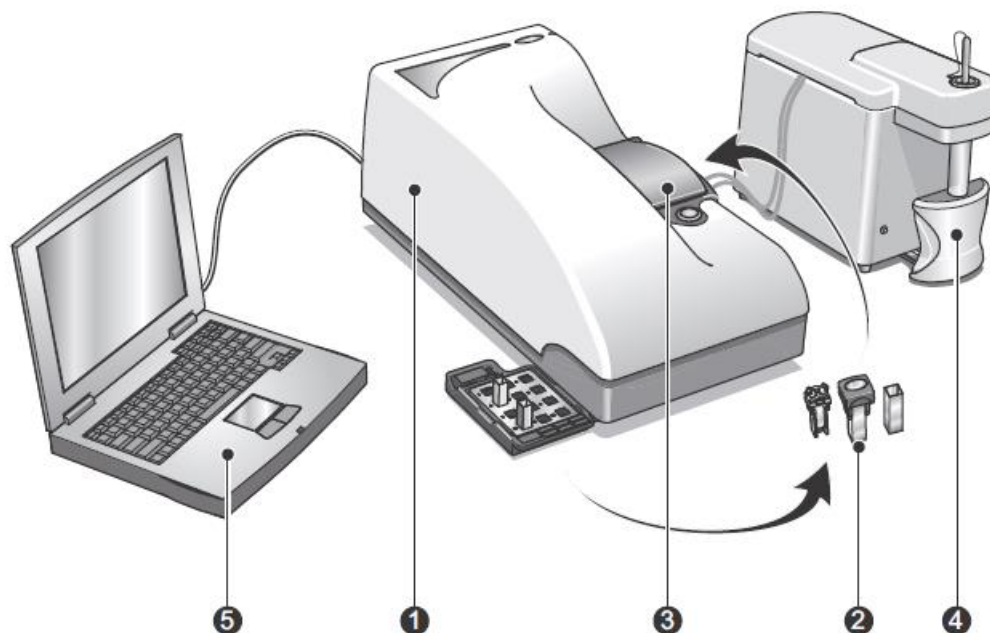


Figura 10. Zetasizer Nano ZS y sus unidades [Malvern Instruments].

Tabla 2. Elementos y descripción de las unidades que componen el Zetasizer Nano ZS.

Elemento	Descripción
1 <b>Unidad óptica:</b>	Mide la muestra utilizando longitudes de onda de luz verde y roja.
2 <b>Células</b>	Selección de células de medición que pasan a través de la trayectoria del láser del equipo.
3 <b>Área de celda</b>	El área de celda es donde se inserta la célula para realizar la medición.
4 <b>Autotitulador MPT-2</b>	Accesorio diseñado para la medida automatizada de potencial Z en función del pH, conductividad o concentración de un ión, con cálculo automático del Punto Isoeléctrico.
5 <b>PC que ejecuta el software Zetasizer</b>	Controla la unidad óptica así como el procesamiento y presentación de los datos medidos para dar el tamaño de partículas, el peso molecular o potencial zeta para la muestra medida.

### 6.2.3 Tipos de células de medición

Las células disponibles en el LCPM y sus especificaciones se detallan a continuación:

MANEJO DEL ANALIZADOR DE PARTÍCULAS ZETASIZER NANO ZS

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-11

Rev.: 01

Página 18 de 40



DTS 1060 Célula capilar desechable de policarbonato, volumen 0,75 mL. Para medida de potencial Z y tamaño de partícula. No es resistente a los disolventes orgánicos. No es adecuada para el uso a temperaturas altas. ( $T^a > 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).



ZEN 0118 Célula desechable de poliestireno, volumen 50  $\mu\text{l}$ . Para medida de tamaño de partícula y peso molecular. No es resistente a los disolventes orgánicos. No es adecuada para el uso a temperaturas altas. ( $T^a > 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Requiere un cuidado especial para evitar la formación de burbujas en el llenado.



ZEN 0040 Célula desechable de poliestireno, volumen 40  $\mu\text{l}$ . Para medida de tamaño de partícula (ángulo de scattering  $173^{\circ}$ ). No es resistente a los disolventes orgánicos. No es adecuada para el uso a temperaturas altas. ( $T^a > 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Requiere un cuidado especial para evitar la formación de burbujas en el llenado.



DTS 0012 Célula estándar desechable de poliestireno, volumen 1 mL. Para medida de tamaño de partícula y peso molecular. No es resistente a los disolventes orgánicos. No es adecuada para el uso a temperaturas altas. ( $T^a > 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).



ZEN 1002 Célula especial "Universal Dip cell" de cristal con electrodos de Paladio. Para medida en base solvente para potencial Z y tamaño de partícula. Para muestras acuosas se puede utilizar la celda de poliestireno (DTS 0012). Para las muestras no acuosas se puede usar la célula de cristal (PCS 1115).



PCS 1115 Célula reutilizable de cristal, volumen 1mL. Para medida de tamaño de partícula y peso molecular. También se puede usar con la célula especial "Universal Dip cell". Permite el uso de disolventes orgánicos e inorgánicos. Requiere limpieza después de la medición.



PCS 8501 Célula reutilizable de cristal, volumen 1 mL. Para medida del tamaño de partícula. También se puede usar con la célula especial "Universal Dip cell".

### 6.2.3.1 Llenado de las células

#### a) Célula estándar

Se debe proporcionar un volumen mínimo de muestra. Sin embargo, este volumen mínimo depende del tipo de célula y es más fácil asegurar una cierta profundidad de la muestra en la célula. Este mínimo es de 10 mm de la parte inferior de la celda (la medición se realiza a 8 mm desde la parte inferior de la celda), tal como se muestra en la Figura 11.

**IMPORTANTE:** No sobrellenar la celda, utilizar aproximadamente 15 mm como máximo, ya que esto puede producir gradientes térmicos dentro de la muestra que reducirán la precisión del control de temperatura.

Durante el llenado, inclinar la celda y llenarla despacio para evitar la formación de burbujas (Figura 11).

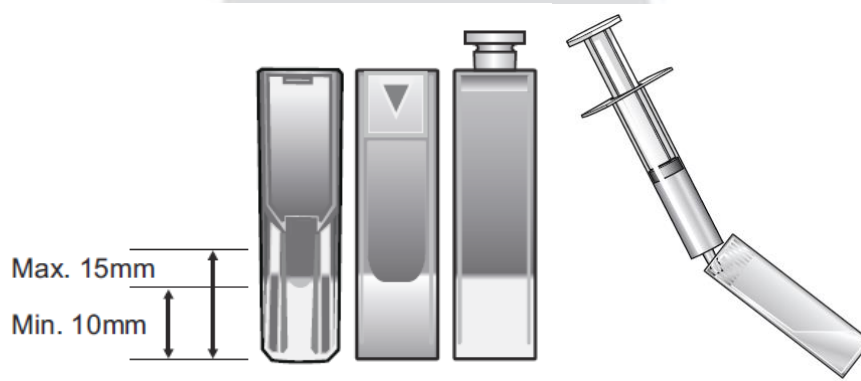


Figura 11. Llenado de las celdas estándar.

#### b) Célula DTS 1060 (Folded capillary cell)

- i. Preparar la muestra en una jeringa de al menos 1mL de capacidad.
- ii. Colocar la jeringa con la muestra en uno de los puertos de muestra.
- iii. Invertir la celda (ver (1) Figura 12).
- iv. Inyectar lentamente la muestra desde la jeringa en la celda, llenando el tubo en forma de U poco más de la mitad (ver (2) Figura 12).

- v. Comprobar que no se formen burbujas de aire en la celda. Golpear suavemente la celda para desalojar las que se formen.
- vi. Girar la celda en posición vertical y continuar inyectando lentamente hasta que la muestra esté en la parte superior de los electrodos (ver (3) Figura 12)
- vii. Comprobar que los electrodos estén completamente sumergidos.
- viii. Retirar la jeringa e insertar un tapón de la celda en cada puerto.
- ix. Retirar cualquier líquido derramado sobre los electrodos de contacto.

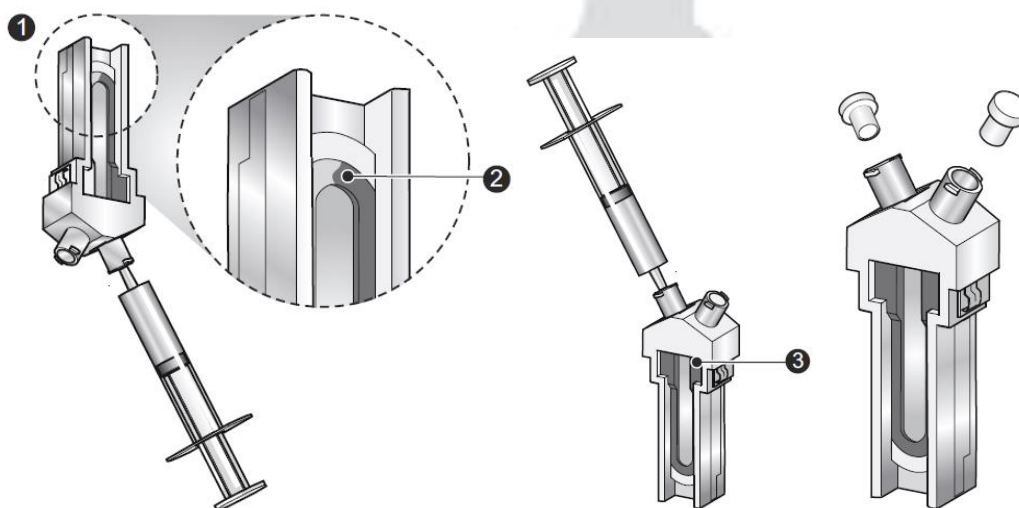


Figura 12. Llenado de la celda DTS1060.

### 6.3 EQUIPOS AUXILIARES

Los equipos auxiliares necesarios y que están disponibles en el laboratorio son:

- Baño de limpieza por ultrasonidos *RAYPA UCI-150 (nº serie 25782)*.
- Autotitulado MPT-2 (**actualmente fuera de servicio**).

### 6.4 CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS

Cada tipo de muestra deberá estar en un rango de concentración adecuado. Un defecto de muestra provocará la falta de “scattering” para realizar la medida y un exceso producirá un “scattering” en cadena entre las propias partículas.

La concentración requerida de la muestra varía en función del tamaño de la partícula, tal y como se expone en la Tabla 3:

**Tabla 3. Concentración recomendada de la muestra según el tamaño de partícula.**

Tamaño partícula	Mínima concentración (recomendada)	Máxima concentración (recomendada)
<10 nm	0,5 g/L	Únicamente limitada por la interacción/agregación del material de la muestras
10 nm a 100 nm	0,1 mg/L	5% masa (densidad = 1g/cm <sup>3</sup> )
100 nm a 1µm	0,01 g/L	1% masa (densidad = 1g/cm <sup>3</sup> )
>1 µm	0,1 g/L	1% masa (densidad = 1g/cm <sup>3</sup> )

El disolvente o dispersante empleado para realizar la medida deberá ser filtrado antes de su utilización para evitar contaminación. El tamaño del filtro deberá ser determinado por el tamaño estimado de la muestra.

La celda deberá ser seleccionada acorde con el tipo de medida y el tipo de disolvente. Las celdas de poliestireno no deberán ser utilizadas para superiores a 70°C.

La muestra deberá ser sometida a un tratamiento de ultrasonidos de 15 minutos antes de su análisis con el fin de eliminar burbujas de aire y para romper las posibles aglomeraciones. A las muestras de emulsiones o liposomas no se les realizará este tratamiento.

Para más información consultar el Capítulo 6 del Manual Zetasizer Nano (*Issue 2.1*).

## 6.5 REALIZACIÓN DEL ANÁLISIS

Hay dos maneras de efectuar una medición: realizando una medición manual o utilizando un Procedimiento Operativo Estándar (SOP). Lo habitual en el LCPM es que se utilice el SOP. Para realizar un ensayo en el analizador Zetasizer Nano ZS se deberá seguir el siguiente procedimiento.

### 6.5.1 Encendido del equipo

Para poner en funcionamiento el sistema será necesario encender las unidades de dispersión y la unidad óptica, al igual que el ordenador que ejecuta el software.

Se deberá encender el analizador entre 15-30 minutos antes de la realización del análisis.

Se deberán adoptar siempre procedimientos correctos para la eliminación de la muestra y del dispersante desechados.

### 6.5.2 Creación de un SOP

Los SOP (Procedimiento Operativo Estándar) son procedimientos definidos por el personal del Servicio que se programan de manera fácil en el software para permitir que muestras de un mismo tipo sean medidas de un modo uniforme. Así, cuando se ejecuta el SOP, el mismo automáticamente pasará el procedimiento de medición definido tomando el completo control de las unidades de dispersión y efectuando todos los ajustes necesarios.

Para la creación de un SOP se deberá seguir el siguiente procedimiento.

1. Seleccionar *File > New SOP* y el software procederá a la ejecución de un asistente que guiará en la creación del SOP (Figura 13).

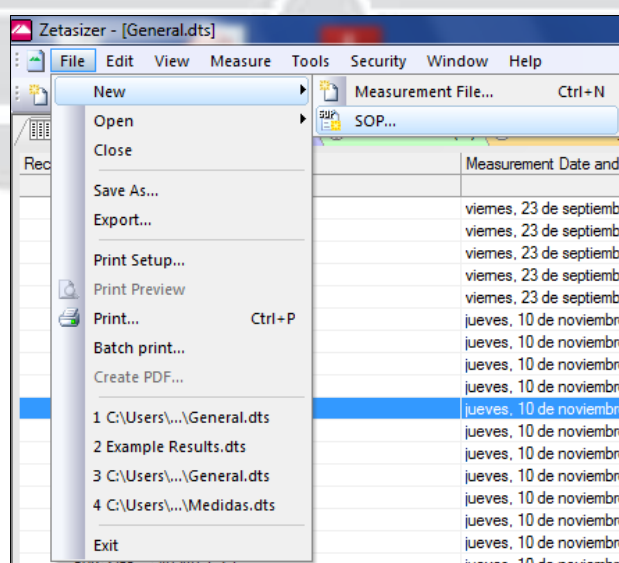


Figura 13. Creación del SOP.

Existen siete indicadores básicos que serán visualizados desde el asistente de creación del SOP. Estos indicadores son los que definirán las condiciones de análisis.

2. *Measurement type*. Seleccionar el tipo de medida a realizar, tamaño de partícula, peso molecular o potencial Z (Figura 14)

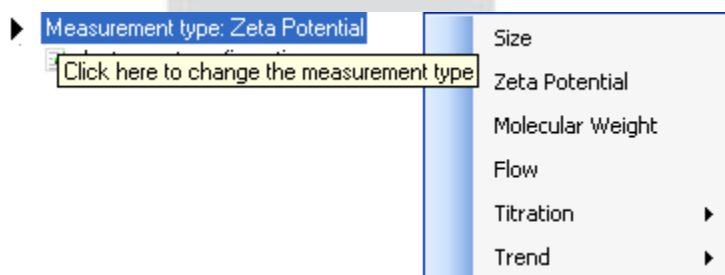


Figura 14. Selección del tipo de medición.

3. *Sample identification*. Identificar la muestra y descripción de la muestra si es necesario.

El material y el dispersante a utilizar en el análisis se seleccionan en los recuadros de las listas de muestra / dispersante de uso frecuente. Los cambios en las listas de los elementos de uso frecuente se pueden llevar a cabo seleccionando las opciones de “Materials” o de “Dispersants” que abren las bases de datos.

- i. Selección del material. Se define el tipo de material (Figura 15) que va a ser medido y sus propiedades ópticas (Índice de refracción e índice de absorción).



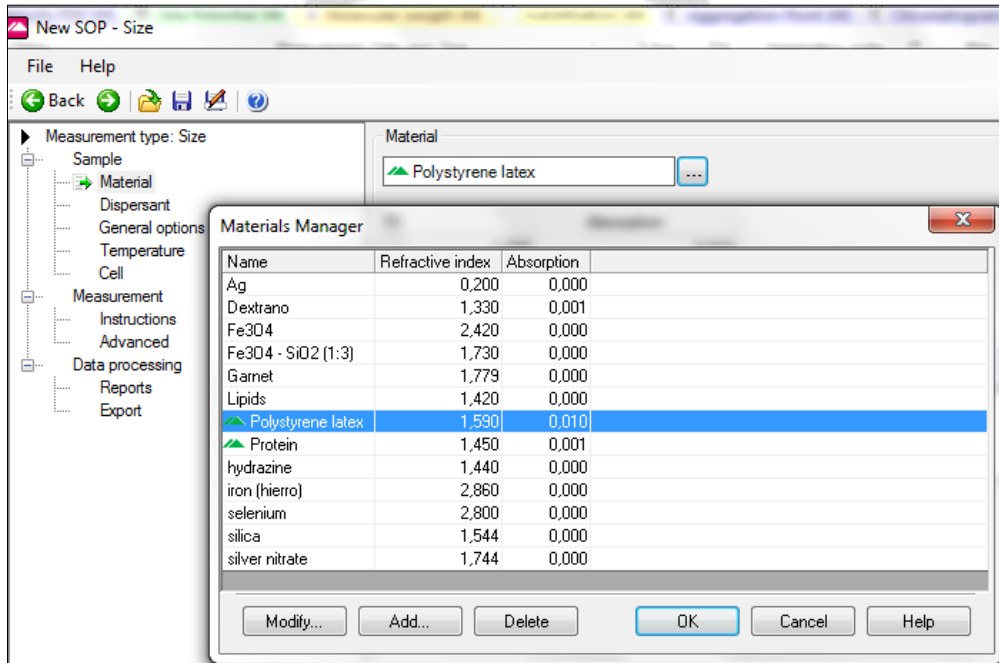


Figura 15. Selección del material.

- ii. Selección del dispersante. Se define el tipo de dispersante (Figura 16) y sus propiedades (temperatura, viscosidad e índice de refracción) Normalmente se suele usar agua.

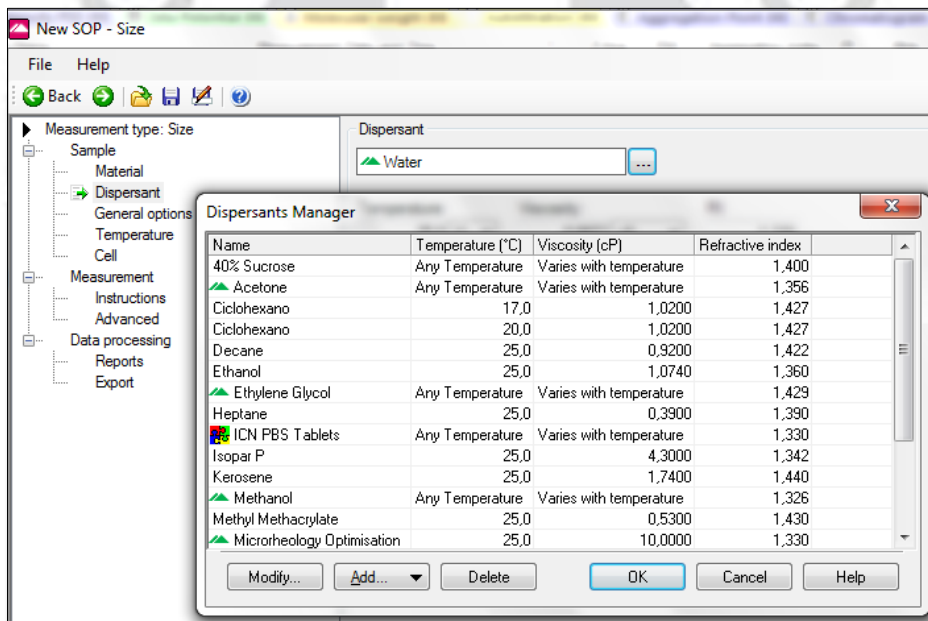


Figura 16. Selección del dispersante.

iii. *General options.*

Para la determinación de la distribución de tamaño de partículas, en la opción *Sample viscosity options*, se selecciona habitualmente *Use dispersant viscosity a sample viscosity* (Figura 17).

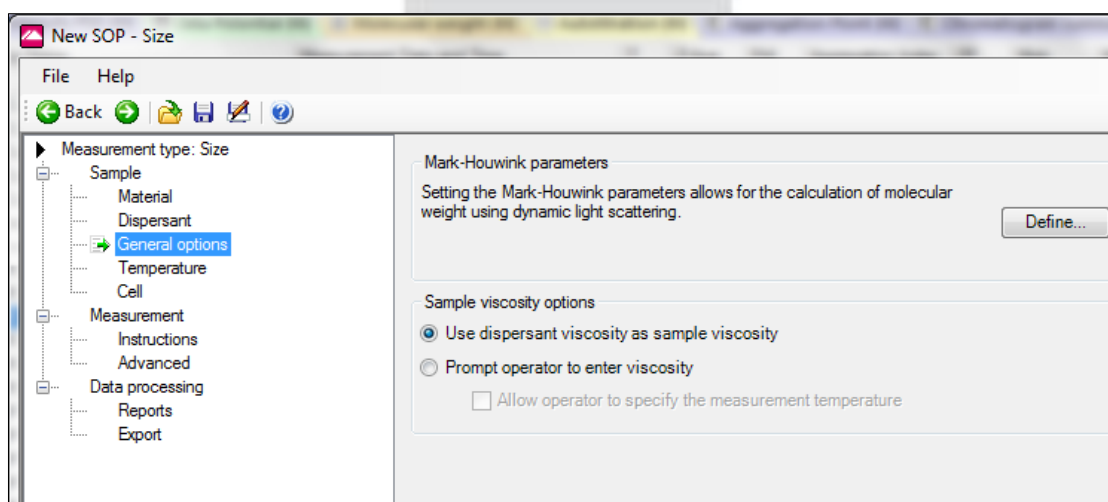


Figura 17. Selección de las condiciones generales de análisis para la determinación de la distribución de tamaño de partículas.

Para la determinación del potencial Z (Figura 18) en la opción *F(ka) selection*, el modelo que se utilizará en la ecuación de Henry, si las partículas son pequeñas y en medios acuosos se seleccionará Smoluchowski:  $F(ka)=1,5$ . Para las mediciones no acuosas se seleccionará Huckel:  $F(ka)=1,0$ .

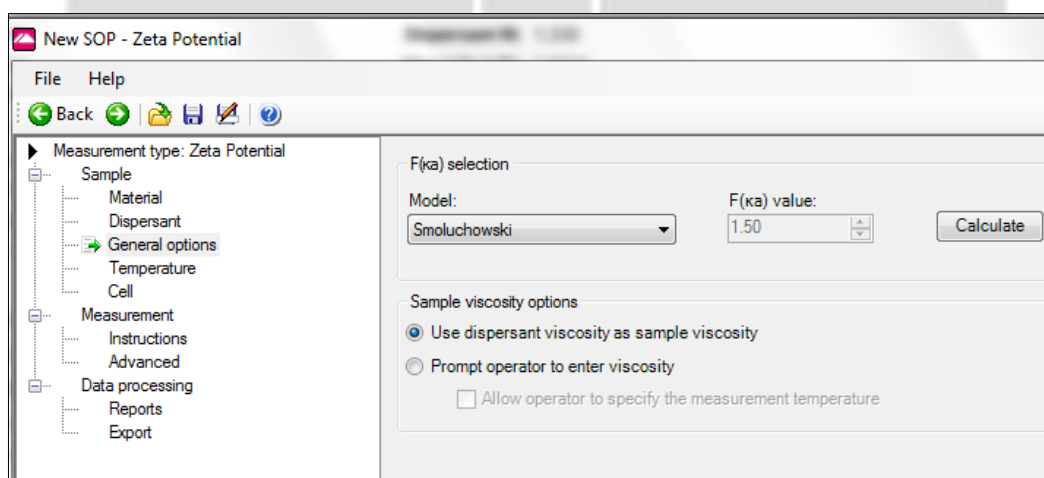


Figura 18. Selección de las condiciones generales de análisis para la determinación del potencial Z.

- iv. *Temperature*. Se establece la temperatura del análisis y el tiempo de equilibrio (Figura 19)

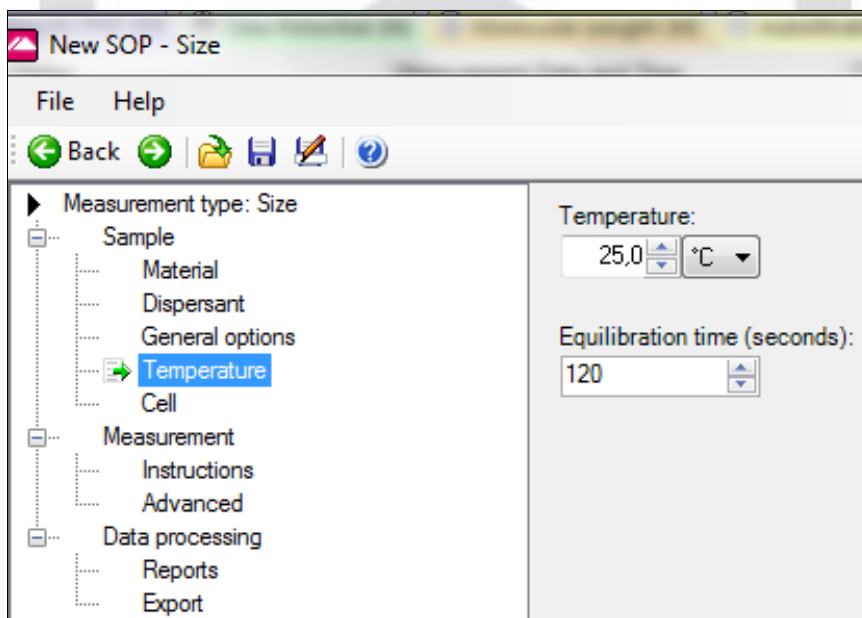


Figura 19. Selección de las condiciones generales de análisis, valor de temperatura y tiempo de equilibrio.

- v. *Cell type*. Se establece el tipo de célula que determinará el tipo de análisis (Figuras 20 y 21).
- Para medidas de distribución de tamaño. *Cell type: Disposable cuvettes* (DTS0012 o ZEN0040).
  - Para medidas de potencial zeta. *Cell type: Dip cell zeta potential* (ZEN1002).

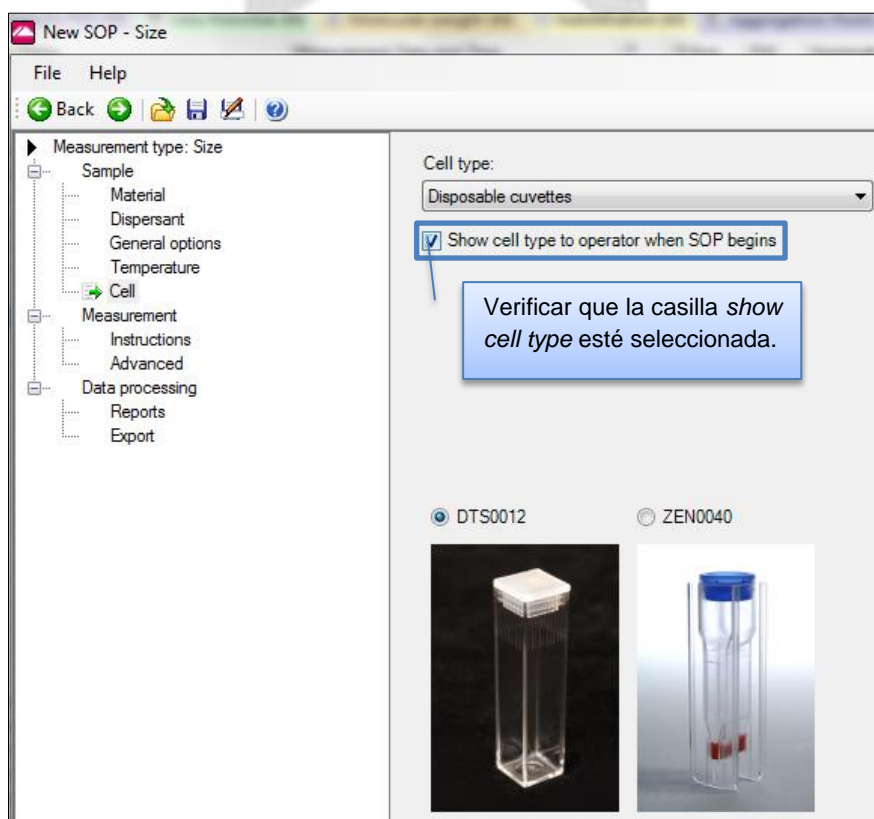


Figura 20. Selección de las condiciones generales de análisis, tipo de celda.

También se dispone de células de cristal para uso con disolventes orgánicos o cuando se requiera aplicar una  $T^a > 70$  °C.

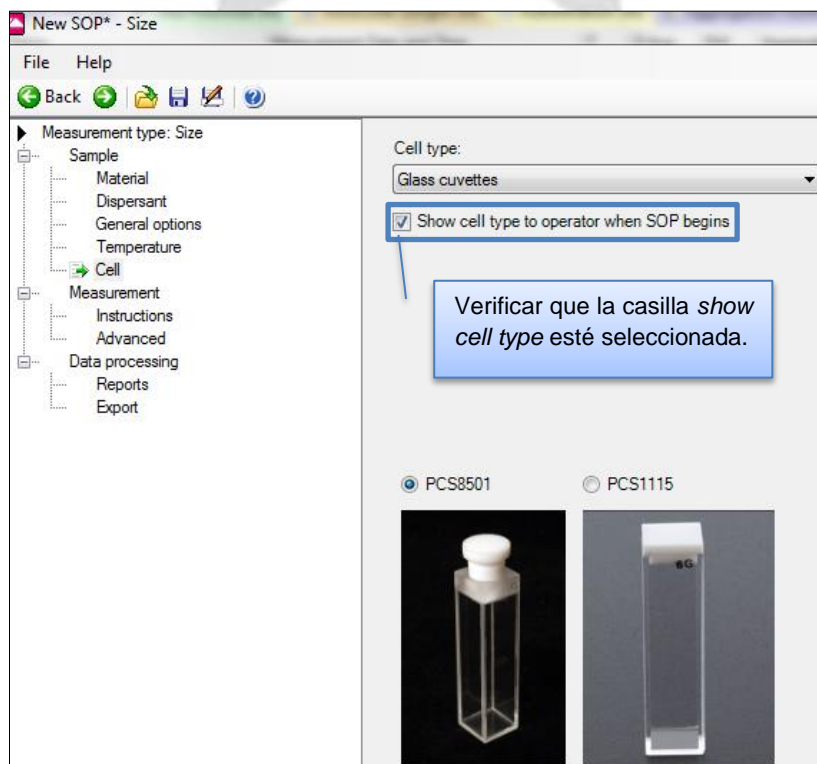


Figura 21. Selección de las condiciones generales de análisis, tipo de célula de cristal.

4. *Measurement*. Este indicador permite la fijación de los tiempos para la medición y el número de medidas (Figura 22). Lo valores habituales para la determinación de tamaño de partículas son:
  - i. Ángulo de dispersión: *Measurement angle: 173° Backscattering (NIBS default)*.
  - ii. *Measurement duration*: Automatic (también se puede seleccionar manual).
  - iii. *Number of measurements*: 3

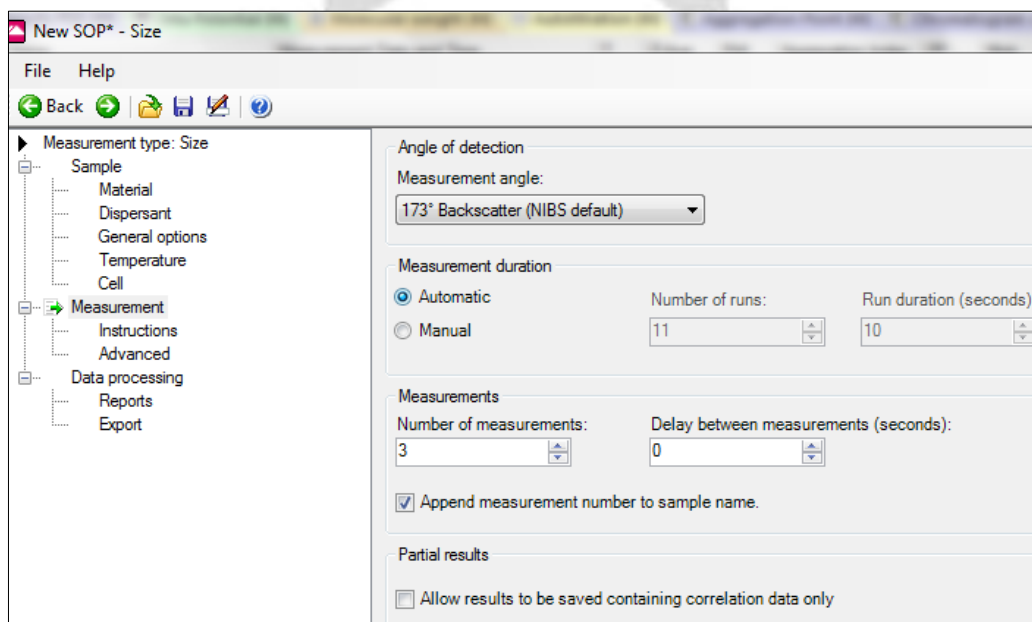


Figura 22. Datos para la medición.

### 5. Data processing. Tratamiento de datos.

*Analysis model:* de las opciones que muestra el programa normalmente para muestras desconocidas se selecciona el *General purpose (normal resolution)*, modelo que viene asignado por defecto (Figura 23). Para muestras conocidas, como por ejemplo mezcla de materiales sintéticos, se seleccionara el modelo fino.

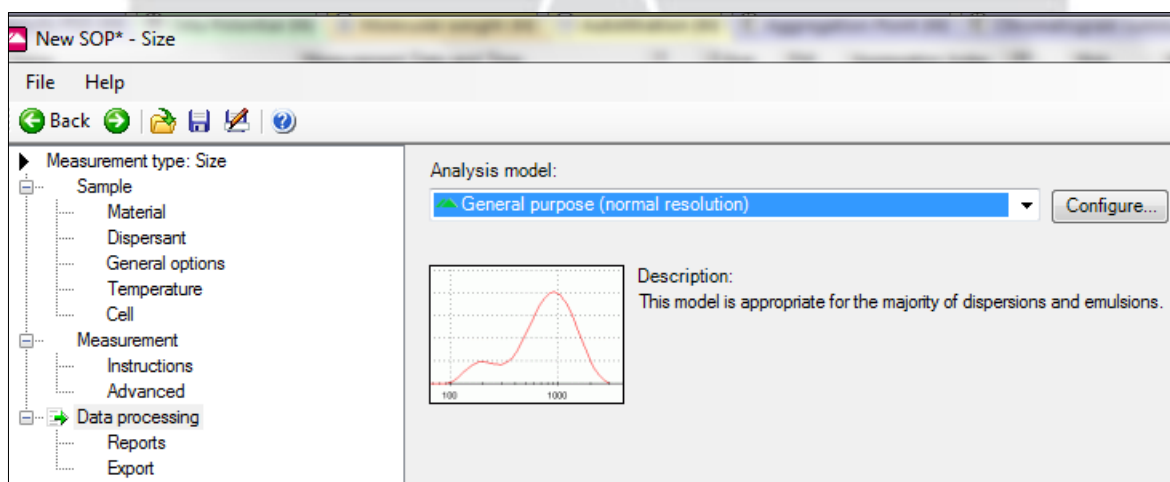


Figura 23. Tratamiento de datos.

6. Guardar el SOP.

Save as → seleccionar carpeta *Size* y guardar por usuario.

7. Generar informe de resultados:

*File* → *print*, imprimir pdf

*Edit* → *copy size values*, exportar a una hoja de cálculo (Excel).

Puede editarse un SOP ya existente bien sea para corregirlo o bien para la creación de un SOP nuevo basado en el ya existente.

Para editar un SOP, se seleccionará *Configure - Existing SOP* y se modificará cualquiera de las anotaciones existentes según sea necesario en las distintas pestañas que definen las condiciones de análisis. Al pulsar *OK* las modificaciones quedarán confirmadas y guardadas.

Para crear un SOP basado en uno ya existente, se deberá modificar el SOP existente haciendo uso de *Configure - Edit SOP*. Una vez que se hayan efectuado todos los cambios, aparecerá en la pantalla el cuadro de diálogo "Save as". Se guardará el SOP así obtenido bajo un nombre diferente al del SOP que ha servido de base. En cualquiera de los dos casos anteriores, se puede eliminar un SOP seleccionado la opción "Delete".

### 6.5.3 Realización de la medida

A continuación, se describen los procedimientos que deben llevarse a cabo según la medición que se realice, determinación del tamaño de partícula o determinación del potencial Z.

#### A. Determinación del tamaño de partículas

1. Abrir el programa Zetasizer.



2. Abrir una carpeta de medida en donde se guardarán los datos.
3. Pulsar *Measure-Start* SOP. Se abrirá una ventana de diálogo del SOP. Seleccionar el SOP y pulsar *Open*.

4. Identificación de la muestra. Elegir como nombre de la muestra el código indicado por el usuario en el recipiente de la muestra que entrega al Servicio y se definirá en la casilla (*Sample name*), así como la descripción de la muestra (*Notes*).
5. Insertar la célula con la muestra (adecuada para el tipo de análisis seleccionado en el SOP) y cerrar la tapa.
6. Pulsar el botón de *Start* para poner en comenzar con la medición.

## B. Determinación del potencial Z

1. Abrir el programa Zetasizer  (Figura 24).

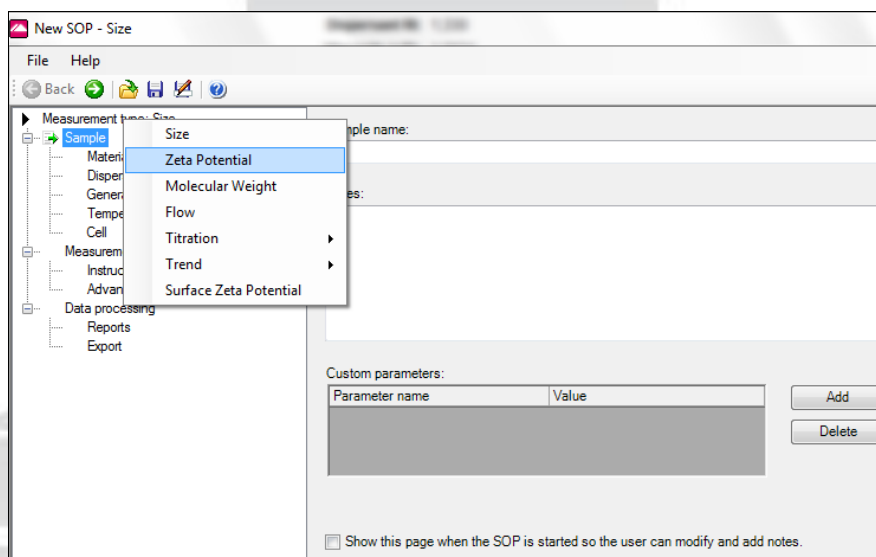


Figura 24. Selección para determinar el potencial Z.

2. Abrir una carpeta de medida en donde se guardarán los datos.
3. Pulsar *Measure* > *Start SOP*. Aparecerá un cuadro de diálogo que permitirá seleccionar un SOP y pulsar *Open*.
4. Identificación de la muestra. Elegir como nombre de la muestra el código indicado por el usuario en el recipiente de la muestra que entrega al Servicio y se definirá en la casilla (*Sample name*), así como la descripción de la muestra (*Notes*).



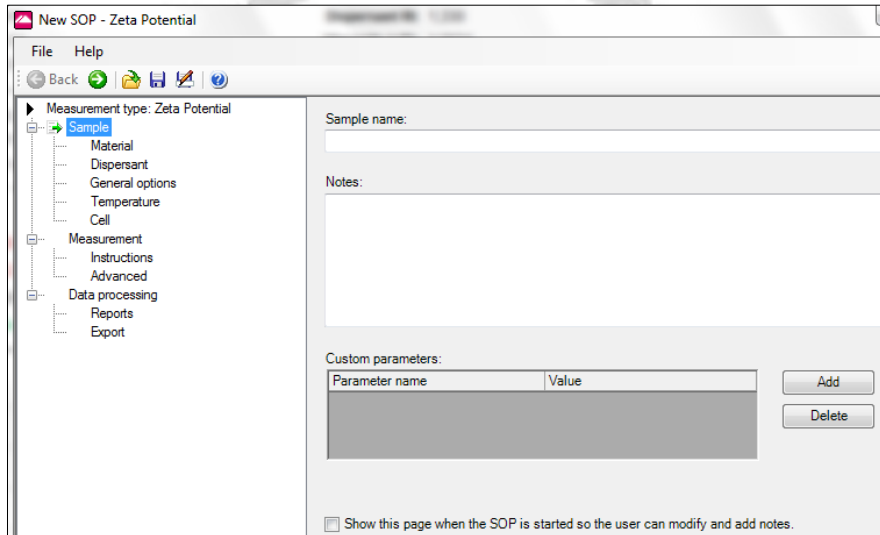


Figura 25. Identificación de la muestra.

5. Seleccionar e insertar la célula con la muestra en el equipo y cerrar la tapa (Figuras 26 y 27).

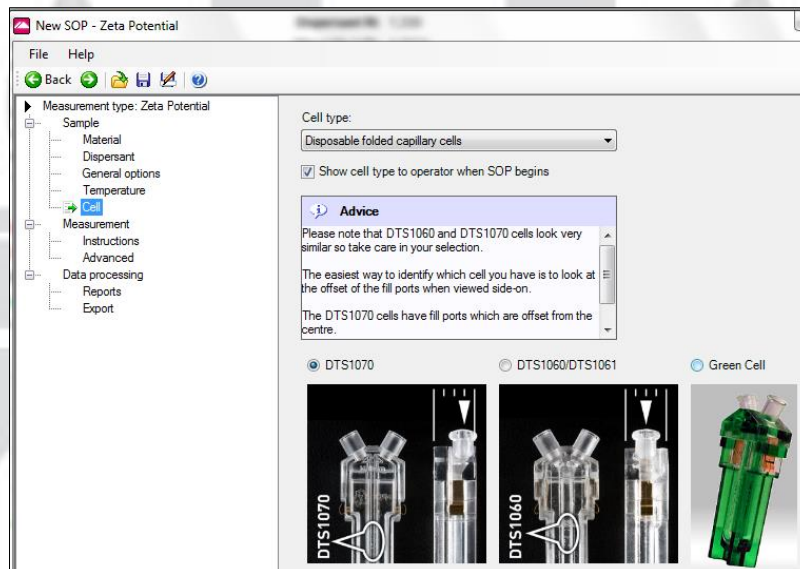


Figura 26. Selección de la célula para la determinación del potencial Z.

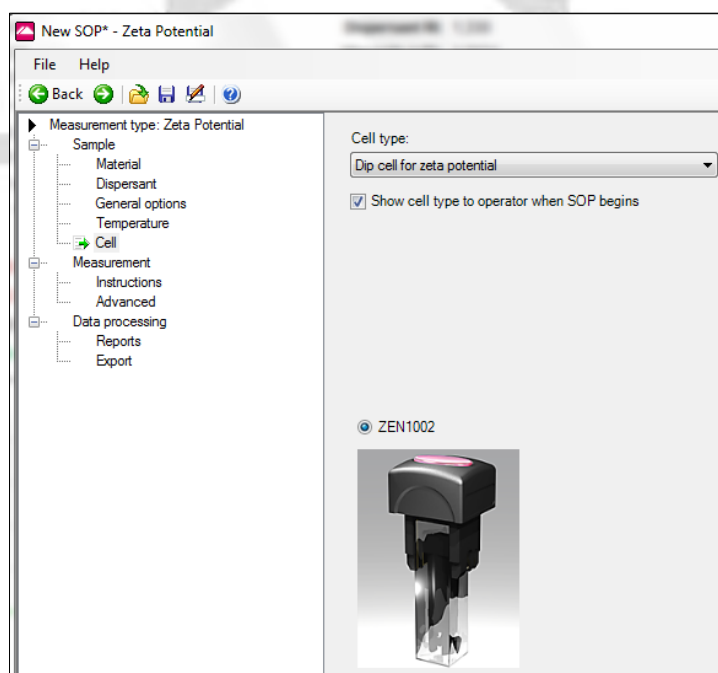


Figura 27. Selección de la célula para la determinación del potencial Z.

En la Figura 28 se indica la manera de colocar correctamente la célula de medición en el equipo.

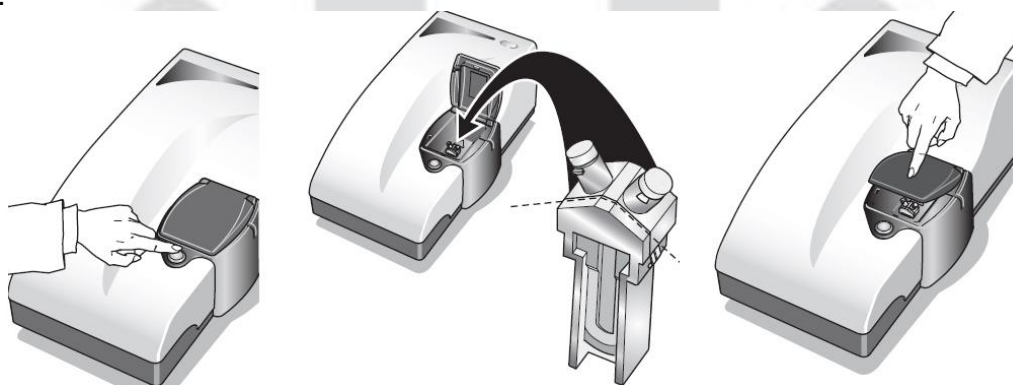


Figura 28. Colocación de la celda en el equipo [Malvern Instruments].

6. *Measurement*. Este indicador permite la fijación de los tiempos para la medición y el número de medidas (Figura 29). Los valores habituales para la determinación del potencial Z son:

- i. *Measurement duration: Automatic* (también se puede seleccionar manual)
- ii. *Number of measurements: 3*

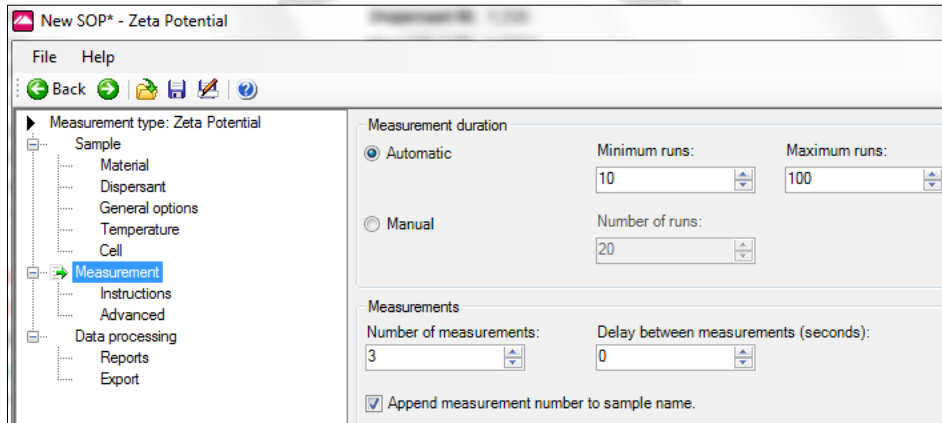


Figura 29. Datos para la medición.

7. Pulsar el botón de *Start* para poner en marcha la medición.

Los problemas detectados durante el análisis de la muestra por porosimetría de Hg deberán ser registrados por el Personal del Servicio en el “Libro de Incidencias” (R.10/PG.07) y en la “Ficha Técnica e Historial de equipo” (R.02/PG-06), indicando si es necesaria la reparación del equipo por parte del Servicio Técnico.

## 6.6 TRATAMIENTOS DE DATOS

Una vez que el resultado ha sido calculado se guardarán en la carpeta de medida. Los datos pueden ser presentados en un informe. El software del equipo Malvern facilita diversos informes por defecto (identificados con una M en el nombre) que serán suficientes para la mayor parte de los ensayos. Utilizando la opción “Report Designer”, el personal del Servicio puede crear informes hechos a medida según las necesidades de cada usuario.

Seleccionar el archivo en la pestaña *Record View* y seleccionar *Intensity PSD (M)/ Zeta Potencial (M)* según el análisis realizado. El recuadro de lista de “Reports” o “Exports” puede ser utilizado para seleccionar los informes a emplear (Figura 30). Permiten diferentes opciones para imprimir o exportar los resultados a una hoja de cálculo. Opcional.

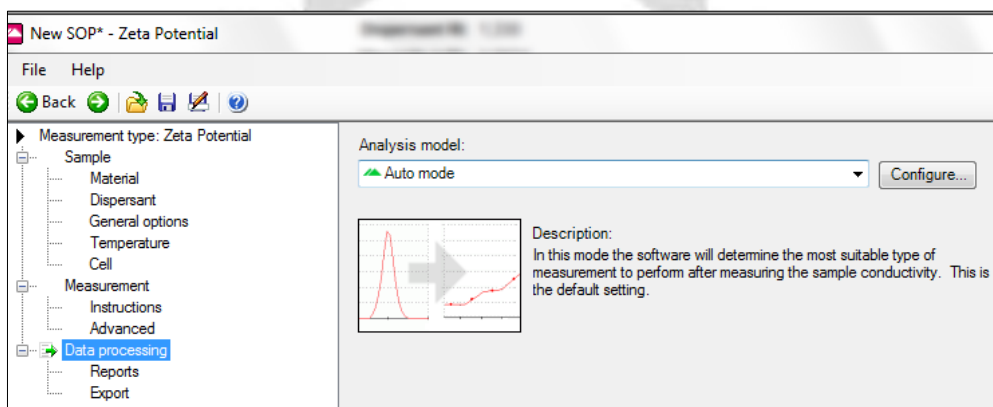


Figura 30. Tratamiento de datos.

## 6.7 INFORME FINAL

En la pestaña *Intensity PSD (M) / Zeta Potencial (M)* aparecerán los resultados obtenidos de la muestra seleccionada según el tipo de análisis realizado.

- a) Ejemplo de informe obtenido para la medida tamaño de partículas (Figura 31):

MANEJO DEL ANALIZADOR DE PARTÍCULAS ZETASIZER NANO ZS

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-11

Rev.: 01

Página 36 de 40

1	Sample Name: MOF MTA Zr 53 3	Dispersant Name: Water		
	SOP Name: MOF.sop	Dispersant RI: 1,330		
	File Name: General.dts	Viscosity (cP): 1,0031		
	Record Number: 541	Measurement Date and Time: martes, 24 de enero de 2017 13:1...		
	Material RI: 1,54			
	Material Absorbtion: 0,000			
2	Temperature (°C): 20,0	Duration Used (s): 70		
	Count Rate (kcps): 161,9	Measurement Position (mm): 4,65		
	Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 7		
3	Z-Average (d.nm): 338,4	Peak 1: 331,0	% Intensity: 98,1	St Dev (d.nm): 106,2
	Pd: 0,236	Peak 2: 5381	1,9	321,8
	Intercept: 0,974	Peak 3: 0,000	0,0	0,000
	Result quality : Good			

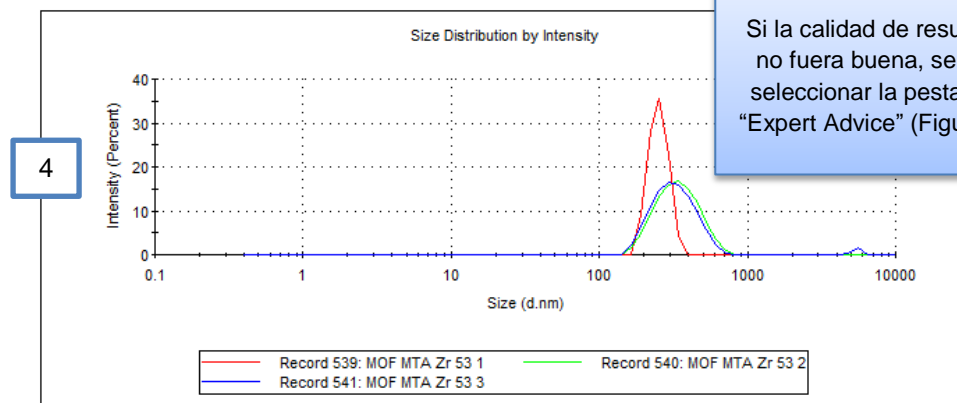


Figura 31. Ejemplo informe de medida de tamaño de partículas.

El informe se divide en cuatro áreas que se describen a continuación.

Descripción del informe de la medición de tamaño de partículas	
1	<u>Datos de la muestra.</u> Esta sección proporciona detalles de los parámetros relativos a la muestra. Incluye el nombre de la muestra, número de registro, la fecha y la hora de la medición, muestra/dispersante índices de refracción, viscosidad, etc. La información que se muestra es, en general, la que fue introducida en el cuadro de medición SOP.
2	<u>Detalles del sistema.</u> Esta sección proporciona detalles sobre la configuración del equipo para realizar la medición. Los parámetros configurados son: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Temperatura: la temperatura medida en el inicio de la medición.</li> <li>- Tasa de recuento - promedio de tasa de recuento de la medición.</li> <li>- Duración utilizada(s) - Duración de la medición utilizada en el análisis de resultados.</li> <li>- Tipo de célula: muestra el tipo de célula seleccionada.</li> </ul>

### Descripción del informe de la medición de tamaño de partículas

Resultados. Esta sección da los resultados de la medición La sección de resultados proporciona tres elementos de información:

- *Z-average size.* El diámetro medio y el ancho de la distribución (*polydispersity*) se obtiene haciendo un análisis acumulativo según la Norma ISO 22412-2017. Se calcula el polinomio de 3º grado de la línea semi-logarítmica para obtener la función de correlación.  

$$\ln [g_1] = a+bt+ct^2+dt^3+et^4+\dots$$
 El valor de  $b = z\text{-average}$  coeficiente de difusión.  
 $2c/b^2 =$ el índice de polidispersidad (el ancho de la distribución)
- 3 - *Pdi:* El coeficiente del cuadrado,  $c$ , cuando se usa como  $2c/b^2$  es conocida como el índice de polidispersidad (PDI). El cálculo de estos parámetros son definidos en la Norma ISO 22412-2017.
- *Intercept.* es la amplitud de la función de correlación ( $g_1$ ) en el tiempo 0. Para una buena medición estará comprendido entre 0,85 y 0,95. Se obtendrán valores más bajos para las mediciones en muestras de dispersión más débiles, o en muestras turbias donde la dispersión de fondo es significativa. Valores  $> 1$  se producirá sólo para muestras de polvo donde la tasa de recuento fluctúa rápidamente.

- 4 Representación gráfica del resultado.

El software realiza una valoración de la calidad del resultado de análisis para la medición del tamaño de partícula. Este es un resumen del informe detallando si el resultado satisface los criterios de calidad asignados por *Malvern Instruments*. Si el resultado no cumple los criterios de calidad, se mostrará una lista de parámetros que no se ajustan a los criterios y razones probables, *Refer to quality report* → *Expert Advice* (Figura 32).

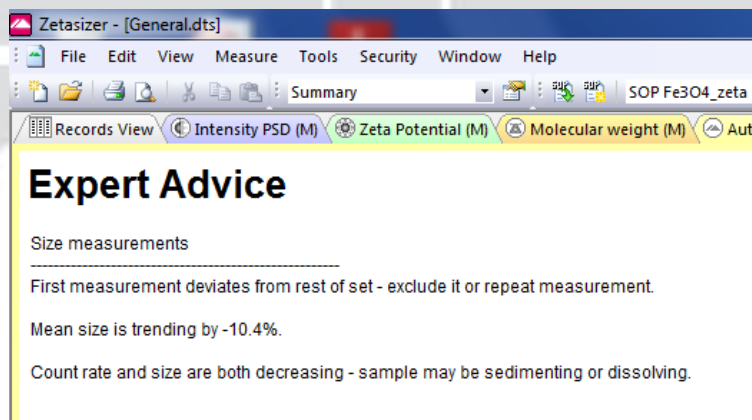


Figura 32. Ejemplo de descripción detallada del resultado.

MANEJO DEL ANALIZADOR DE PARTÍCULAS ZETASIZER NANO ZS

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-11

Rev.: 01

Página 38 de 40

b) Ejemplo de informe obtenido para la determinación del potencial Z (Figura 33):

1	Sample Name:	Entrada FA2				
	SOP Name:	Agua blanca zeta.sop				
	File Name:	General.dts	Dispersant Name:	Water		
	Record Number:	63	Dispersant RI:	1,330		
2	Date and Time:	martes, 15 de marzo de 2016 10:54:55		Viscosity (cP):	1,0031	
				Dispersant Dielectric Constant:	80,4	
	Temperature (°C):	20,0	Zeta Runs:	13		
3	Count Rate (kcps):	205,5	Measurement Position (mm):	4,50		
	Cell Description:	Zeta dip cell		Attenuator:	11	
	Zeta Potential (mV):	-14,0	Peak 1:	-14,0	100,0	7,33
4	Zeta Deviation (mV):	7,33	Peak 2:	0,00	0,0	0,00
	Conductivity (mS/cm):	1,33	Peak 3:	0,00	0,0	0,00
	Result quality :	See result quality report				

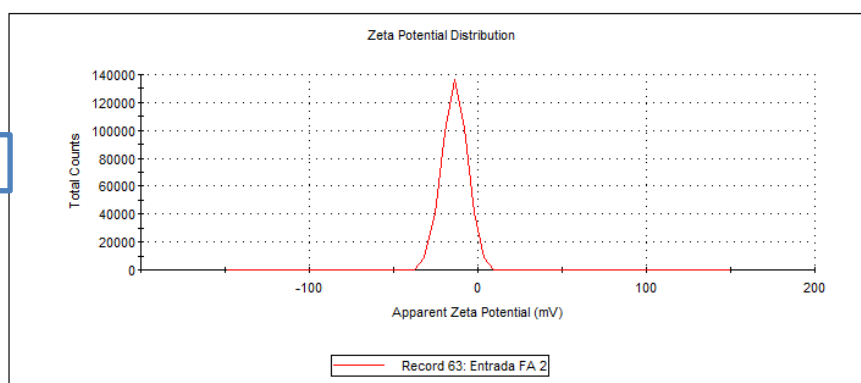


Figura 33. Ejemplo de Informe para la determinación del potencial Z.

El informe se divide en cuatro áreas que se describen a continuación.

Descripción del informe de la medición de potencial Z	
1	<u>Datos de la muestra.</u> Esta sección proporciona detalles de los parámetros relativos a la muestra. Incluye el nombre de la muestra, número de registro, la fecha y la hora de la medición, muestra/dispersante índices de refracción, viscosidad, etc. La información que se muestra es, en general, la que fue introducida en el cuadro de medición SOP.
2	Detalles del sistema. Esta sección proporciona detalles sobre la configuración del equipo para realizar la medición. Los parámetros configurados son: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Temperatura: la temperatura medida en el inicio de la medición.</li> <li>- Tasa de recuento - promedio de tasa de recuento de la medición.</li> <li>- Duración utilizada(s) - Duración de la medición utilizada en el análisis de resultados.</li> <li>- Tipo de célula: muestra el tipo de célula seleccionada.</li> </ul>

<b>3</b>	Muestra los resultados: el potencial zeta (mV) obtenido en la medición, la desviación estándar (mV), conductividad (mS/cm) y el promedio de los picos (mV) de las tres mediciones.
<b>4</b>	Representación gráfica del resultado.

## 6.8 MANTENIMIENTO Y LIMPIEZA DEL EQUIPO

El Técnico/ Becario del Servicio será el encargado de la limpieza periódica del equipo y de las celdas reutilizables. Las superficies del sistema pueden resultar deterioradas de forma permanente si se derraman muestras o dispersante sobre las mismas. En caso de que se produzca un derrame, se deberá desconectar el equipo de la alimentación eléctrica antes de proceder a una escrupulosa limpieza.

Se empleará una disolución de agua y jabón suave para limpiar las cubiertas y la zona de la célula, asegurándose que el equipo está completamente seco antes de conectarlo de nuevo a la red eléctrica. Deberá ser inspeccionado como mínimo una vez a la semana.

Es muy importante que las células se limpien completamente entre las mediciones (Figura 34), y especialmente entre los diferentes tipos de muestra. Cualquier contaminación cruzada entre muestras pueden afectar seriamente los resultados.

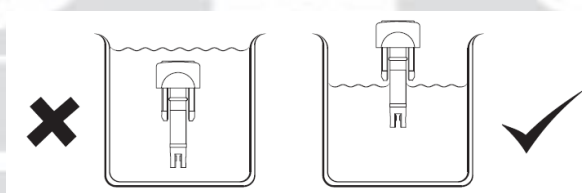


Figura 34. Limpieza de la célula especial "Universal Dip cell".

- Se recomienda reemplazar los filtros del ventilador 1 vez al año.
- La sustitución del fusible del sistema, sólo se realizará en caso de fallo.

## 6.9 CALIBRACIÓN / VERIFICACIÓN DEL EQUIPO

Las mediciones de potencial zeta se basan en principios básicos y por lo tanto no se requiere calibración. Sin embargo, el equipo deberá ser verificado periódicamente (cada 6 meses).



En la preparación de la solución del estándar de tamaño añadir una gota de disolución de NaCl 5%

- Estándares de potencial Z:  $-50 \text{ mV} \pm 5 \text{ mV}$
- Diámetro Hidrodinámico del estándar de tamaño: 59 – 65 nm

### 6.10 NORMATIVA

- ISO 22412-2017: *Particle size analysis – Dynamic Light Scattering (DLS)*.
- ISO 13099-2:2014 *Colloidal system – Methods for zeta potential determination-part 2: Optical methods*.
- *ASTM E2865-12, Standard Guide for Measurement of Electrophoretic Mobility and Zeta Potential of Nanosized Biological Materials*.

## 7 REGISTROS/ANEXOS

Registro/Anexo	Código	Responsable archivo	Soporte	Tiempo conservación
Protocolo de uso del Zetasizer	Anexo 1	Personal de Servicio	Papel/Digital	3 años
Uso del Zetasizer	R.01/IT-LCPM-11	Personal de Servicio	Papel/Digital	3 años

## ANEXO 1: PROTOCOLO DE MEDICIÓN DEL ZETASIZER NANO ZS

Cuestiones previas
<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Se deberá encender el analizador entre 15-30 minutos antes de la realización del análisis.</li> <li>✓ Cada tipo de muestra deberá estar en un rango de concentración adecuado. Un defecto de muestra provocará la falta de “scattering” para realizar la medida y un exceso producirá un “scattering” en cadena entre las propias partículas.</li> <li>✓ La celda deberá ser seleccionada acorde con el tipo de medida y el tipo de disolvente. Las celdas de poliestireno no deberán ser utilizadas para <math>T^a &gt; 70^{\circ}\text{C}</math>.</li> <li>✓ La muestra deberá ser sometida a un tratamiento de ultrasonidos de 15 minutos antes de su análisis con el fin de eliminar burbujas de aire y para romper las posibles aglomeraciones. A las muestras de emulsiones o liposomas no se les realizará este tratamiento.</li> </ul>
Creación de un SOP (Procedimiento Operativo Estándar)
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Una medida SOP usa parámetros prefijados con el fin de permitir seguir el mismo procedimiento con muestras similares.</li> <li>2. Pulsa <i>File&gt;New SOP</i> para abrir la ventana de edición.</li> <li>3. <i>Measurement type</i>. Seleccionar el tipo de medida a realizar, tamaño de partícula, peso molecular o potencial Z.</li> <li>4. <i>Sample</i>. Definir el nombre y la descripción de la muestra si es necesario.             <ol style="list-style-type: none"> <li>a. <i>Material</i>. Se define el tipo de material que va a ser medido y sus propiedades ópticas (índice de refracción y absorción).</li> <li>b. <i>Dispersant</i>. Se define el tipo de dispersante y sus propiedades (temperatura, viscosidad e índice de refracción). Normalmente se usa agua.</li> <li>c. <i>General options</i>.                 <ul style="list-style-type: none"> <li>- Para la determinación de la <u>distribución de tamaño de partículas</u>, en la opción <i>Sample viscosity options</i>, se selecciona habitualmente <i>Use dispersant viscosity a sample viscosity.Temperature</i>.</li> <li>- Para la determinación del <u>potencial Z</u> en la opción <i>F(ka) selection</i>, el modelo que se utilizará en la ecuación de Henry, si las partículas son pequeñas y en medios acuosos se seleccionará Smoluchowski: 1.5. Para las mediciones no acuosas se seleccionará Huckel: 1.0.</li> </ul> </li> <li>d. <i>Temperature</i>. Se establece la temperatura de análisis y el tiempo de equilibrio</li> <li>e. <i>Cell type</i>. Se establece el tipo de célula que determinará el <b>tipo de análisis</b>.                 <ul style="list-style-type: none"> <li>• Para medidas de <b>distribución de tamaño</b>. <i>Cell type: Disposable cuvettes (DTS0012 o ZEN0040)</i>.</li> <li>• Para medidas de <b>potencial zeta</b>. <i>Cell type: Dip cell zeta potential (ZEN1002)</i>.</li> <li>• También se dispone de celdas de cristal para uso con <u>disolventes orgánicos o</u></li> </ul> </li> </ol> </li> </ol>

cuando se requiera aplicar una  $T^a > 70^{\circ}\text{C}$

**IMPORTANTE:** Verificar que la casilla *show cell type* esté seleccionada.

5. *Measurement*. Lo valores habituales son:
  - a. *Measurement angle*:  $173^{\circ}$  Backscattering (NIBS default).
  - b. *Measurement duration*: Automatic.
  - c. *Number of measurements*: 3
6. *Data processing*.
  - d. *Analysis model*: General purpose (normal resolution).
7. Guardar el SOP.  
Save as → seleccionar carpeta Size y guardar por usuario.
8. Generar informe de resultados  
File → print, imprimir pdf  
Edit → copy size values, hoja de cálculo (Excel).

#### Protocolo de medida. Determinación del tamaño de partícula y potencial Z

1. Abrir el programa *Zetasizer*.
2. Abrir una carpeta de medida en donde se guardarán los datos.
3. Pulsar *Measure-Start* SOP. Se abrirá una ventana de diálogo del SOP. Seleccionar el SOP y pulsar *Open*.
4. Identificación de la muestra. Elegir como nombre de la muestra el código indicado por el usuario en el recipiente de la muestra que entrega al Servicio y se definirá en la casilla (*Sample name*), así como la descripción de la muestra (*Notes*).
5. Insertar la célula con la muestra (adecuada para el tipo de análisis seleccionado en el SOP) y cerrar la tapa.
6. Pulsar *start*.

#### Tratamiento de datos e interpretación de resultados

Seleccionar el archivo en la pestaña Record View y seleccionar Intensity PSD (M)/ Zeta Potencial (M) según el análisis realizado. El recuadro de lista de "Reports" o "Exports" puede ser utilizado para seleccionar los informes a emplear. Permiten diferentes opciones para imprimir o exportar los resultados a una hoja de cálculo. Opcional.

El software realiza una valoración de la calidad del resultado de análisis para las mediciones. Si el resultado no cumple los criterios de calidad, se mostrará una lista de parámetros que no se ajustan a los criterios y razones probables, "Refer to quality report" → *Expert Advice*

#### Mantenimiento y limpieza del equipo

- Limpieza periódica del equipo y de las celdas reutilizables. Las superficies del sistema pueden resultar deterioradas de forma permanente si se derraman muestras o dispersante sobre las mismas. En caso de que se produzca un derrame, se deberá desconectar el equipo de la alimentación eléctrica antes de proceder a una escrupulosa limpieza.

MANEJO DEL ANALIZADOR DE PARTÍCULAS ZETASIZER NANO ZS

INSTRUCCIÓN TÉCNICA

IT-LCPM-11

Rev.: 01

Página 3 de 3

- Se empleará una disolución de agua y jabón suave para limpiar las cubiertas y la zona de la célula, asegurándose que el equipo está completamente seco antes de conectarlo de nuevo a la red eléctrica. Deberá ser inspeccionado como mínimo una vez a la semana.
- Es muy importante que las células se limpien completamente entre las mediciones, y especialmente entre los diferentes tipos de muestra. Cualquier contaminación cruzada entre muestras pueden afectar seriamente los resultados.

**Verificación del equipo**

El equipo deberá ser verificado periódicamente (cada 6 meses). En la preparación de la solución del estándar de tamaño añadir una gota de disolución de NaCl 5%

- Estándares de potencial Z:  $-50 \text{ mV} \pm 5 \text{ mV}$
- Diámetro Hidrodinámico del estándar de tamaño: 59 – 65 nm

**Nota:** se realizará una copia impresa del “Protocolo de uso del Zetasizer” y se colocará al lado del equipo para su consulta.

## Registro "Uso del Zetasizer"

<b>Referencia</b>	R.01/IT-LCPM-11
<b>Rev.</b>	01

ID:		Usuario:	
Fecha:		Operador:	
Muestra:		SOP:	
Medida Size:		Medida Zeta:	
Tiempo de uso			
Localización Resultados:	Soporte Digital <input type="checkbox"/>	Soporte en papel	<input type="checkbox"/>
Observaciones			




## FICHAS TÉCNICAS E HISTORIAL DE EQUIPOS

## FICHA TÉCNICA E HISTORIAL DE EQUIPO

Referencia	R.02/PG-06
Rev.	05

Nombre	Porosímetro de mercurio	
Modelo	AutoPore IV 9520	
Fabricante	Micromeritics	
Código	426	
Nº serie	426	
Distribuidor	Bonsai Advanced Technologies	
Fecha adquisición	2005	
Fecha puesta en servicio	Febrero- 2005	
<input checked="" type="checkbox"/> Equipo de medida	<input type="checkbox"/> Equipo auxiliar	<input type="checkbox"/> Patrón físico
Características técnicas	Analizador de macroporos, mesoporos, grietas y hendiduras existente en una muestra.	
Documentación aplicable	DE.LCPM.15 (AutoPore IV 9500 Operator's Manual v 1.06)	
Accesorios*	<p>Ordenador (PC-4). Material de referencia Silica-Alumina. Penetrómetros para polvo o partículas de capacidades de 3 y 5 cc. Tapones y juntas que permiten el cierre del penetrómetro. Embudo para mercurio Bomba de vacío (Edwards nº406188). Aceite para bomba de vacío. Escobilla para limpieza de los penetrómetros <b>*ANEXO 1: Material y accesorios</b></p>	
Localización	Laboratorio de Caracterización y Microsuperficies	
Condiciones de uso y almacenamiento	Temperatura estable entre 20 y 30° C	
Datos Servicio Técnico	<p>Bonsai Advanced Technologies Juan José Gala (Jefe de Servicio Técnico) Tel. 91-661 57 35 Fax. 91-661 78 48 e-mail: <a href="mailto:juanjo.gala@bonsaitech.com">juanjo.gala@bonsaitech.com</a></p>	
Observaciones	El tamaño de la muestra a analizar viene determinado por el tamaño de la cápsula del penetrómetro, lo habitual es una cantidad de 0,5 a 1 g.	

Condiciones de calibración / verificación	Criterios de calibración / verificación	Mantenimiento
<p>Condiciones de verificación: <i>Mechanical evacuation to:</i> 50 µmHg. <i>Equilibration time:</i> 10 s.</p>	<p>Resultados del material de referencia (Sílice-Alúmina): <i>Total intrusion volume:</i> 0.53 ± 0.02 mL/g (at 60,000 psia).</p>	<p>Las indicadas en el manual de usuario como mantenimiento preventivo.</p>

<i>Contact angle:</i> 130° <i>Surface tension:</i> 485 dyne/cm. <i>Black correction:</i> By file <i>Filling pressure:</i> 5.0 ± 0.1 psia <i>Maximum volume increment:</i> 0.05 mL/g	<i>Median pore diameter (volume):</i> 0.0074 ± 0.0005 µm (at 60,000 psia).	
---	---	---

<b>Responsable del Servicio</b>		
Fecha	-	- 20
Fdo.: Dirección del SEGAi		



## ANEXO 1: MATERIAL Y ACCESORIOS DEL POROSÍMETRO DE MERCURIO

Imagen	Material/Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	Material de referencia Sílice - Alúmina Part N°. 004-16822-00	Para la calibración del equipo	1
	Filtro para bomba de vacío		1
	Herramientas para cierre y apertura de penetrómetros, incluye tuerca y sello. Part. N° 950-25831-00	Para apertura y cierre de penetrómetro (3 y 5 cm <sup>3</sup> )	1
	Embudo	Para rellenar depósito de aceite	1


Imagen	Material/Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	Escobillas de limpieza	Para limpieza del penetrómetro	3 (diferentes tamaños)
	Embudo Part N°. 950-25842-00	Para llenar depósito de mercurio	1
	Soporte Part N°. 950-25822-00	Para pesar el penetrómetro	1
	Aceite para bomba de vacío ( <i>Vacuum pump oil</i> ), 1L. Part N°. 004-16003-01		1







Imagen	Material/Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	Fluido Alta Presión ( <i>High Pressure Fluid</i> ), 1L. Part. N° 920-16001-00	Para cámara de análisis	1
	Aceite Mobil 1	Para bomba hidráulica, intensificador	1
	<i>Apiezon</i> – Grasa de vacío ( <i>Vacuum grease</i> ), 25 gramos. Part N°. 004-16007-00		1
	<i>Downcorning</i> – Grasa de vacío ( <i>High vacuum grease</i> )		1
	Mercurio metálico 99,99 % Fabricante Sigma-Aldrich Part N° 162017 (1Kg)		1






Imagen	Material/Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	Bomba de vacío para el mercurio	Dispositivo está especialmente diseñado para recoger gotas de mercurio y pequeño material particulado contaminado con mercurio. Ubicado en el interior de la campana.	1
	Bomba de vacío		1
	Contenedor residuos de mercurio Part N°150202	Papel, trapos y otros absorbentes contaminados. Ubicado en el interior de la campana.	1
	Software, manual	Documentación externa. Código: DE.LCPM.10	1

Imagen		Material/Accesorio		Especificaciones			Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
		Portamuestras o penetrómetros					Para muestras sólidas: 4  Para muestras en polvo: 4
<b>Especificaciones penetrómetro (Actualizado Febrero 2017)</b>							
Bulb Volume (cc)	Simple Type	Nº Penetrómetro	Average Volume (mL)	Constante ( $\mu\text{L}/\rho\text{F}$ )	Total Stem Volume (cc)	Maximum Head Pressure	Compra
3	Sólido (1.190)	15-0627	4,202	22.065	1,190	4,68	Jun 09
3	Sólido (0.3870)	13-0055	3,3941	11.117	0,3870	4,68	
3	Sólido (0.4120)	13-0395	3,448	11.117	0,4120	4,68	
3	Sólido (0.4120)	13-0134	3,5532	11.117	0,4120	4,68	Mar 15
5	Polvo (0.392)	08-0986	5,301	11.117	0,392	4,45	Jun 09
5	Polvo (0.366)	08-0661	5,2438	11.228	0,392	4,45	Jul 10
5	Polvo (1.131)	10-0956	5,9325	22.065	1,131	4,45	
5	Polvo (1.131)	10-0390	6,0428	22.065	1,131	4,45	Jul 08

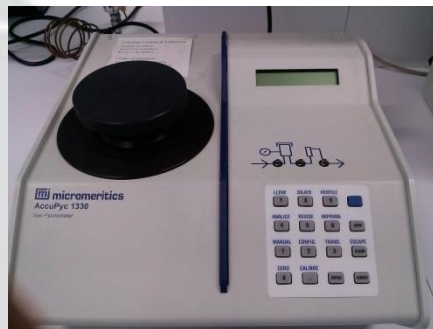
## Histórico

Fecha	Operación	Resultado	Personal servicio
.. - marzo - 2006	Calibración penetrómetro (5cc), N° 10-0956	-	-
19 – septiembre - 2006	Verificación de funcionamiento del puerto 2. Análisis del material de referencia.	Total intrusión volumen= 0.5143 mL/g (0.53 ± 0.02 mL/g) Median Pore Diameter (volumen)= 0.0072 µm (0.0074 ± 0.0005 µm)	Marianela Rodríguez (Técnico)
12 - diciembre - 2006	Verificación de funcionamiento del puerto 2. Análisis del material de referencia.	Total intrusión volumen= 0.5133 mL/g (0.53 ± 0.02 mL/g) Median Pore Diameter (volumen)= 0.0073µm (0.0074 ± 0.0005 µm)	Marianela Rodríguez (Técnico)
03 - junio - 2008	Verificación de funcionamiento del puerto 2. Análisis del material de referencia.	Total intrusión volumen= 0.5131 mL/g (0.53 ± 0.02 mL/g) Median Pore Diameter (volumen)= 0.0073 µm (0.0074 ± 0.0005 µm)	Marianela Rodríguez (Técnico)
.. - septiembre - 2008	Calibración penetrómetro (5cc), N° 08-0986	-	-
.. - junio - 2009	Calibración penetrómetro (3cc), N° 15-0627	-	-
.. - junio - 2009	Calibración penetrómetro (5cc), N° 08-0986	-	-
.. - septiembre - 2010	Calibración penetrómetro (5cc), N° 10-0956	-	-
23 - Abril - 2015	Verificación de funcionamiento del puerto 2. Análisis del material de referencia.	Total intrusión volumen= 0.5127 mL/g (0.53 ± 0.02 mL/g) Median Pore Diameter (volumen)= 0.0073 µm (0.0074 ± 0.0005 µm)	Javier Izquierdo (Becario)
21 - Abril - 2016	Verificación de funcionamiento del puerto 2. Análisis del material de referencia.	Total intrusión volumen= 0.5283 mL/g (0.53 ± 0.02 mL/g) Median Pore Diameter (volumen)= 0.0073 µm (0.0074 ± 0.0005 µm)	Enrique Glez (Técnico)

## FICHA TÉCNICA E HISTORIAL DE EQUIPO

Referencia	R.02/PG-06
Rev.	05

Nombre	Pícnómetro de helio	
Modelo	AccuPyc 1330 133/34010/00	
Fabricante	Micromeritics	
Código	3818	
Nº serie	3818	
Distribuidor	Bonsai Advanced Technologies	
Fecha adquisición	2004	
Fecha puesta en servicio	14 - julio - 2005	
<input checked="" type="checkbox"/> Equipo de medida	<input type="checkbox"/> Equipo auxiliar	<input type="checkbox"/> Patrón físico
Características técnicas	Equipo de medida de densidad del esqueleto de sólidos, mediante el uso de gas helio	
Documentación aplicable	DE-LCPM-01 (AccuPyc 1330 Pycnometer Operators Manual)	
Accesorios*	Kit con celda nominal (10 cc) y estándar de calibración Kit con celda de 1 cc, celda de 3,5 cc y estándares de calibración Impresora (EPSON EPL-6200) Data Transfer Switch <b>*Anexo 1: Material y Accesorios</b>	
Localización	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	
Condiciones de uso y almacenamiento	Temperatura estable entre 20 y 30° C	
Datos Servicio Técnico	Bonsai Advanced Technologies Juan José Gala (Jefe de Servicio Técnico) Tel. 91-661 57 35 Fax. 91-661 78 48 e-mail: <a href="mailto:juanjo.gala@bonsaitech.com">juanjo.gala@bonsaitech.com</a>	
Observaciones	La temperatura de trabajo debe ser constante El equipo requiere para su funcionamiento gas helio. La presión del regulador de gas helio debe estar entre 1 – 2 bar	



Condiciones de calibración / verificación	Criterios de calibración / verificación	Mantenimiento
<i>Se realiza para cada una de celdas de muestra: 10cc, 3,5cc y 1cc</i>  Condiciones de calibración: Nº de ciclos de análisis: 10 Nº de ciclos de purga: 10 Presiones de purga y análisis:	<u>Resultados de la calibración:</u> La desviación estándar del volumen de la celda de muestra y expansión no debe de ser superior a 0.0030 cc.  <u>Resultados de la verificación:</u> Tiempo de análisis: inferior a 4	Engrasar la tapa de cierre antes de cada uso.  Reemplazar la junta de la tapa de cierre cuando se observen daños. El resto de mantenimiento debe ser realizado por personal

<p>19.5 psig. Velocidad de equilibrio: 0.005 psig/min. Uso del modo Precision <i>Run</i>: No</p> <p><u>Condiciones de verificación:</u> Ciclos de análisis: 99 Ciclos de purga: 20 Presión de purga y análisis: 19.5 psig. Velocidad de equilibrado: 0.005 psig/min. Uso del modo Precision <i>Run</i>: No</p>	<p>h</p> <p>Desviación estándar inferior a 0.0020 cc (97 de 99 medidas); inferior a 0.0040 cc (las 99 medidas).</p> <p>Volumen promedio: <math>\pm 0.03\%</math> del estándar de calibración más 0.03% de volumen nominal.</p>	<p>técnico de la casa comercial.</p>
--	--	--------------------------------------

<b>Responsable del Servicio</b>	
Fecha	- - 20
Fdo.: Dirección del SEGA I	



## ANEXO 1: MATERIAL Y ACCESORIOS DEL PICNÓMETRO DE HELIO










Imagen	Material /Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	Kit multi-volumen para 10 cc; Part N°. 133-33605-00	Incluye kit de cámaras de 3,5 y 1 cc. Incluye estándares de calibración.	1
	Kit de calibración estándar, 10 cc Part N°. 133-34900-00		1
	Disco de engrase ( <i>Greasing disk</i> ) Part N°. 133-25825-00	Se usa para engrasar la junta tórica de la tapa de cierre de la cámara de medida.	1
	Grasa de vacío ( <i>Vacuum grease</i> ) Part N°. 008-1604-00	150 gramos. Silicona, alto vacío.	1

Imagen	Material /Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	Junta tórica ( <i>O-ring</i> ) Part N°. 008-1604-00	Para la tapa de cierre de la cámara de medida.	3
	Filtro de entrada de gas ( <i>inlet filter</i> ) Part N°. 004-27042-00		2
	Plantilla de teclado ( <i>Keypad template</i> ) Part N°. 133-242701-03 (español)	Disponible en varios idiomas	1
	Reductor Part N°. 004-25549-00	<i>Reducer, 1/8-in. tube x 1/4-in. tube</i>	1
	Software, manual	Documentación externa. Código: DE.LCPM.10	1

**Histórico**

Fecha	Operación	Resultado	Personal servicio
11-13 - mayo - 2005	Curso de usuario y aplicaciones impartido por el jefe técnico y especialista de la casa comercial	Satisfactorio	
07 - octubre - 2005	Calibración nominal	Satisfactorio Dentro de valores de tolerancia.	
18 - octubre - 2005	Calibración de todas las celdas	Satisfactorio	
07 - marzo - 2006	Calibración nominal	Satisfactorio Dentro de valores de tolerancia.	
11 - septiembre - 2006	Revisión general por servicio técnico de la casa comercial	Se recomienda calibración	
21 - septiembre - 2006	Calibración de todas las celdas	Satisfactorio	
17 - abril - 2007	Calibración nominal	Satisfactorio Dentro de valores de tolerancia.	
5 - junio - 2007	Calibración nominal	Satisfactorio	
13 - junio - 2007	Calibración celda 1,0 cc	Satisfactorio	
31 - enero - 2008	Calibración celda 3,5 cc.	Satisfactorio	
04 - marzo - 2008	Calibración celda nominal y 1,0 cc.	Satisfactorio	
20 - mayo - 2008	Calibración celda nominal y 3,5 cc	Satisfactorio	
27 - mayo - 2008	Calibración celda nominal y 1,0 cc.	Satisfactorio	
29 - mayo - 2008	Verificación de calibrado. Calibración celda nominal 3,5 cc y 1,0 cc	Satisfactorio Dentro de valores de tolerancia.	
06 - junio - 2008	Limpieza, engrasado y cambio de junta de la tapa de cierre.	Satisfactorio	
04 - 05 - junio - 2008	Verificación de calibrado. Calibración celda nominal	Satisfactorio.	
9 -10 - junio - 2008	Calibración celdas 1,0 y 3,5 cc	Satisfactorio Dentro de valores de tolerancia.	
19 - junio - 2008	Verificación de calibrado. Calibración celda 3,5 cc.	Satisfactorio Dentro de valores de tolerancia.	
25 - junio - 2008	Calibración celda nominal y celda 3,5 cc.	Satisfactorio	

03 - julio - 2008	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
10 - julio - 2008	Verificación de calibrado. Calibración celda nominal y celda 3,5 cc.	Satisfactorio	
14 - julio - 2008	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
17 - julio - 2008	Problemas con el suministro eléctrico en el laboratorio. Verificación de calibrado.	Verificación satisfactoria.	
22 - julio - 2008	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
25 - julio - 2008	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
29 - 30 - septiembre - 2008	Calibración celda nominal, 3,5 y 1,00 cc.	Satisfactorio Dentro de valores de tolerancia.	
06 - octubre - 2008	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
27 - octubre - 2008	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
16 - diciembre - 2008	Verificación de calibrado. Calibración celda nominal y 3,5 cc.	Recomendable la calibración Calibración dentro de valores de tolerancia.	
23 - enero - 2009	Verificación de calibrado. Calibración celda nominal.	Satisfactorio. Dentro de valores de tolerancia.	
11 - febrero - 2009	Calibración celda nominal, 3,5 cc y 1,00 cc.	Satisfactorio	
07 - mayo - 2009	Calibración celda nominal, 3,5 cc y 1,00 cc.	Satisfactorio	
18 - mayo - 2009	Calibración nominal	Satisfactorio Dentro de valores de tolerancia.	
17 - febrero - 2010	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
19 - febrero - 2010	Fallos en el suministro eléctrico en todo el edificio.	Se comprueba calibrado. Satisfactorio. Se mantiene apagado el equipo hasta solucionar el problema eléctrico.	
23 - febrero - 2010	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
01 - marzo - 2010	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
08 - marzo - 2010	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
17 - marzo - 2010	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	

31 - marzo - 2010	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
12 - abril - 2010	Verificación de calibrado. Calibración celda nominal, 3,5 cc y 1 cc.	Satisfactorio Dentro de valores de tolerancia.	
10 - mayo - 2010	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
01 - junio - 2010	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
06 - julio - 2010	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
07 - septiembre - 2010	Verificación de calibrado. Calibración celda nominal, 3,5 cc y 1 cc.	Satisfactorio Dentro de valores de tolerancia.	
27 - septiembre - 2010	Verificación de calibrado. Calibración celda nominal, 3,5 cc y 1 cc.	Recomendable la calibración Calibración dentro de valores de tolerancia.	
12 - enero - 2011	Calibración celda nominal, 3,5 cc y 1 cc.	Satisfactorio	
26 - enero - 2011	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
21 - junio - 2012	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
25 - julio - 2012	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
17 - septiembre - 2012	Verificación de calibrado.	Satisfactorio	
23-enero-2013	Fallo eléctrico. Equipo no en operación pero sí encendido		
24-enero-2013	Calibración celda nominal	Satisfactorio	
10 – diciembre - 2015	Calibración celda nominal, 3,5 cc y 1 cc.	Satisfactorio	Enrique Glez (Técnico)
18/19 – abril - 2015	Calibración celda nominal, 3,5 cc y 1 cc.	Satisfactorio	Enrique Glez (Técnico)

## FICHA TÉCNICA E HISTORIAL DE EQUIPO

Referencia	R.02/PG-06
Rev.	05

Nombre	Microdurómetro		
Modelo	Fischerscope HP100 XYp		
Fabricante	Helmut Fischer GMBH +CO KG		
Código	SN02000491		
Nº serie	SN02000491		
Distribuidor	Fischer Instruments		
Fecha adquisición	-	- 20	
Fecha puesta en servicio	-	- 20	
<input checked="" type="checkbox"/> Equipo de medida	<input type="checkbox"/> Equipo auxiliar	<input type="checkbox"/> Patrón físico	
Características técnicas	Sistema de medida de microdureza de acuerdo al sistema ISO 14577 Rango de medida de dureza: 0.001 hasta 120.000 N/mm <sup>2</sup>		
Documentación aplicable	DE.LCPM.24 (Operating Instructions Microhardness Measurement System, Fischerscope H 100C version 1.2)		
Accesorios	Ordenador (PC2, torre Air, monitor NEC) Mesa antivibratoria Teclado de control de la plataforma de medida (Keyboard HCU) Plato de referencia de dureza modelo BK7 (GLAS BK7 marca Fischer)		
Localización	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies		
Condiciones de uso y almacenamiento	Evitar vibraciones en la mesa de trabajo durante el funcionamiento del equipo. Temperatura estable entre 20 y 30º C.		
Datos Servicio Técnico	Fischer Instruments Jaume Pascual (Jefe de Servicio Técnico) Tel. 93-309 79 16 Fax. 93-485 05 94 e-mail: <a href="mailto:jaume.pascual@fischer-instruments.es">jaume.pascual@fischer-instruments.es</a>		
Observaciones	Medida de Dureza Universal (HU)		

Condiciones de calibración / verificación	Criterios de calibración / verificación	Mantenimiento
Condiciones de análisis del Plato de referencia Glas BK7 (ref. E07) de dureza: 0,3/60/600.	HU : 4122,6 N/mm <sup>2</sup> Incertidumbre de medida: 4% Distancia de medida: ± 2 nm Carga: ± 0,02 mN.	El indentador debe ser limpiado con alcohol y algodón antes de cada uso y entre muestras. Mantener limpia la plataforma de medida El resto de mantenimiento debe ser realizado por personal técnico de la casa

**Responsable del Servicio**

Fecha - - 20

Fdo.: Dirección del SEGAI


**Histórico**

Fecha	Operación	Resultado	Personal servicio
30 - abril - 2015	Verificación	Satisfactorio	Javier Izquierdo
27 - noviembre - 2015	Verificación	Satisfactorio	Javier Izquierdo

## FICHA TÉCNICA E HISTORIAL DE EQUIPO

Referencia R.02/PG-06

Rev. 05

Nombre	Reómetro	
Modelo	CVO-100-901	
Fabricante	Malvern Instruments Limited	
Código	MAL1048174	
Nº serie	MAL1048174	
Distribuidor	IESMAT	
Fecha adquisición	- - 20	
Fecha puesta en servicio	2004	
<input checked="" type="checkbox"/> Equipo de medida	<input type="checkbox"/> Equipo auxiliar	<input type="checkbox"/> Patrón físico
Características técnicas	<p>Aparato de análisis de la reología de fluidos.  Torque range: 0.5 <math>\mu</math>Nm to 100 mNm.  Torque resolution: 1 nano Nm.  Position resolution: 0.9 micro radians.  Frequency range: 10 micro Hz to 100 Hz.  Controlled speed range (CR mode): 50 mili rad/s to 320 rad/s.  Measurable speed range (CS mode): 0.1 micro rad/s to 320 rad/s.  Temperature range (dependent on controller): -150 °C to 550 °C</p>	
Documentación aplicable	DE.LCPM.07.01 (User Manual for Bohlin Rheometers, Malvern Rheology Issue 3.0 July 2004)	
Accesorios*	Ordenador (PC-1) Geometría 4°-40 Geometría 20 Geles patrones del reómetro (calibración) Bomba de agua Peltier (BOHLIN Instruments) <b>*Anexo 1: Material y Accesorios</b>	
Localización	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	
Condiciones de uso y almacenamiento	Evitar vibraciones en la mesa de trabajo durante el funcionamiento del equipo. Ventilar bien en el caso de trabajar con muestras nocivas o dispersantes Temperatura estable entre 20 y 30° C. Limpieza del pedestal y la geometría. No dejar vaciar el recipiente de la bomba de agua. Evitar la formación de alga mediante la incorporación de líquido anticongelante. Mantener la entrada de aire a 3 bares.	
Datos Servicio Técnico	lesmat S.A. Enrique Mazarrón Tel. 902 012 027 Fax.: 91 650 7990	



e-mail: <a href="mailto:sat@iesmat.com">sat@iesmat.com</a>		
Observaciones		
Condiciones de calibración / verificación	Criterios de calibración / verificación	Mantenimiento
<p>Viscoelasticidad: Batch 08E060 Measuring System: PP 20 Temp Mode: Isothermal, 25 °C Thermal Equilibrium Time. 300 s Shear mode: Controlled Strain Viscosidad: Oil U2400 Measurement taken at a Shear Stress of 22.74 Pa using a 4 ° / 40 Cone and plate</p>	<p>Viscoelasticidad: Batch 08E060 Values at 25 °C F=0.1 Hz G' [Pa] = 4870 ; G'' [Pa] = 9718 F=0.886 Hz G' [Pa] = 28971 ; G'' [Pa] = 26806  F=0.10 Hz G' [Pa] = 83531 ; G'' [Pa] = 36660  Viscosidad: Oil No: U2400 <math>\mu</math> [cp] = 1609 (T=20 °C) <math>\mu</math> [cp] = 1259 (T=23 °C) <math>\mu</math> [cp] = 1074 (T=25 °C) <math>\mu</math> [cp] = 735.5 (T=30 °C)  Viscosity measurement within <math>\pm</math> 5% of PARA quoted value</p>	<p>Las indicadas en el manual de usuario como mantenimiento preventivo</p>

<b>Responsable del Servicio</b>	
Fecha	- - 20
Fdo.: Dirección del SEGAI	

## ANEXO I: MATERIAL Y ACCESORIOS DEL REÓMETRO CVO-100






Imagen	Material/Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
		<ul style="list-style-type: none"> <li>- Cubierta para aislamiento (tapas cobre-peltier para evitar que la muestra pueda salpicar)</li> <li>- Geometría CP 4°/40 (ángulo 4° y diámetro 40 mm).</li> <li>- Geometría PP 20 (diámetro 20 mm).</li> </ul>	1
	Geles patrones del reómetro (calibración)	Viscosidad: Oil U2400	1
	Geles patrones del reómetro (calibración)	Viscoelasticidad: Batch 08E060	1
	Portamuestra		

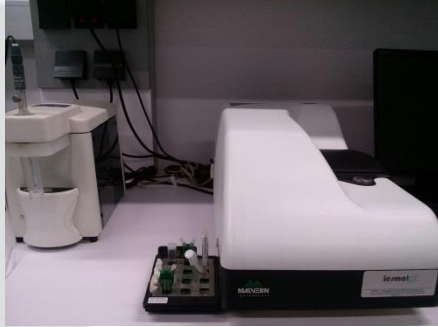
Imagen	Material/Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	Bomba de agua		1
	Software, manual	Documentación externa. Código: DE.LCPM.07.01	1

## Histórico

Fecha	Operación	Resultado	Personal servicio
07 - diciembre - 2011	Sustitución de Peltier por en la casa comercial	Satisfactorio	
21 - enero - 2016	Verificación viscosidad y viscoelasticidad	Satisfactorio	Enrique Glez (Técnico)
22 - abril - 2016	Verificación viscosidad y viscoelasticidad	Satisfactorio	Enrique Glez (Técnico)

## FICHA TÉCNICA E HISTORIAL DE EQUIPO

Referencia	R.02/PG-06
Rev.	05

Nombre	Analizador de tamaño de partícula	
Modelo	Zetasizer ZEN3600 Nano series	
Fabricante	Malvern instruments	
Código	MAL500514	
Nº serie	MAL500514	
Distribuidor	IESMAT	
Fecha adquisición	2004	
Fecha puesta en servicio	2004	
<input checked="" type="checkbox"/> Equipo de medida	<input type="checkbox"/> Equipo auxiliar	<input type="checkbox"/> Patrón físico
Características técnicas	<p>Equipo de medida de tamaño de partícula, peso molecular y potencial Zeta.                  Medida de tamaño:                  Rango de tamaño de partícula máximo (diámetro): 0,3 nm a 10 µm.                  Medida de potencial Z:                  Rango de tamaño de partícula (diámetro): 3,8 nm a 100 µm.                  Medida de pesos moleculares:                  Rango absoluto de peso molecular usando "Debye plot": 980 Da- 2.10<sup>7</sup>Da.                  Rango de peso molecular estimado del diámetro hidrodinámico: 342 Da- 2.10<sup>7</sup> Da.                  Rango de temperatura 0-90 °C                  Láser: 4 mW He-Ne, 633 nm.                  Detector: fotodiodo de avalancha, Q.E&gt; 50% a 633 nm.</p>	
Documentación aplicable	DE.LCPM.08.01 (Zetasizer Nano series User manual Malvern Instruments)	
Accesorios*	Ordenador (PC-6) Estación de preparación de muestras Autotitrador modelo MPT-2 Multipurpose Titrator Estándares de potencial Zeta (Zeta Potential Transfer Estándar) Estándar de tamaño nanoesfera Cubeta Dip Cell kit Cubeta de micro o semimicro poliestireno Folded capillary cells Disposable Sizing Cuvette Square Glass Cuvette <b>*Anexo 1: Material y Accesorios</b>	
Localización	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	
Condiciones de uso y almacenamiento	Evitar vibraciones en la mesa de trabajo durante el funcionamiento del equipo Ventilar bien en el caso de trabajar con muestras nocivas o dispersantes Temperatura estable entre 20 y 30° C	
Datos Servicio Técnico	Iesmat S.A. Enrique Mazarrón	

	Tel. 902 012 027 Fax.: 91 650 7990 e-mail: <a href="mailto:sat@iesmat.com">sat@iesmat.com</a>
Observaciones	

Condiciones de calibración / verificación	Criterios de calibración / verificación	Mantenimiento
En la preparación de la solución del estándar de tamaño añadir una gota de disolución de NaCl 5%	Estándares de potencial Zeta: -50 mV $\pm$ 5 mV  Diámetro Hidrodinámico del estándar de tamaño: 59 – 65 nm	Evitar salpicaduras de las muestras o dispersantes en el equipo. En caso de que ocurran salpicaduras, desconectar el equipo y limpiarlo.  El resto de mantenimiento debe ser realizado por personal técnico de la casa comercial.

<b>Responsable del Servicio</b>	
Fecha	- - 20
Fdo.: Dirección del SEGAI	

## ANEXO 1 MATERIAL Y ACCESORIOS DEL ZETASIZER NANO ZS




Imagen	Material/Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	Baño de limpieza por ultrasonidos. Fabricante RAYPA. Modelo UCI-150	Recomendación de uso con agua destilada	1
	Autotitulado modelo MPT-2	Actualmente <b>fuera de servicio</b> . Requiere reparación. Necesario para la determinación del potencial Z.	1
	DTS 1060 Célula capilar desechable de policarbonato ( <i>Folded capillary cells</i> ). Volumen de muestra mínimo 750 µL	Para medir potencial Z <b>No usar para disolventes orgánicos, ni a T<sup>a</sup> &gt; 70 °C</b> Pack de 25 células con 50 tapones.	1





Imagen	Material/Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	<p>Células desechables de poliestireno:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- ZEN0118 célula cuadrada de 12 mm de pequeño volumen (50 µL). Con apertura cuadrada y tapón.</li> <li>- ZEN0040 célula cuadrada de 12 mm de pequeño volumen (40 µL). Con apertura cuadrada y tapón.</li> </ul>	<p>Para medida de tamaño de partícula. No usar para disolventes orgánicos, ni a T<sup>a</sup> &gt; 70 °C Packs de 100 células con 100 tapones.</p>	1
	<p>DTS 0012 Célula estándar de poliestireno cuadrada de 12 mm. Volumen 1 mL</p>	<p>Para medida de tamaño de partícula. No usar para disolventes orgánicos Pack de 100 células con tapones.</p>	1
	<p>PCS 8501 Célula cuadrada de cristal reutilizable de 12 mm con tapa. Volumen 1 mL.</p>	<p>Para medida de tamaño en base solvente y pesos moleculares. Permite uso de disolventes orgánicos. Pack de 4 células y tapones.</p>	1
	<p>Dip Cell Kit, contiene: ZEN 1002 Célula especial "Universal Dip cell" de cristal con electrodos de Paladio, para medida en base solvente. Incluye PCS1115*célula cuadrada de cristal reutilizable con apertura cuadrada y tapón. Compatible también con células desechables de plástico DTS0012.</p>	<p>*PCS1115 Célula cuadrada de cristal de 12 mm <b>está rota.</b> Para medidas de potencial Z con la célula especial "Universal Dip cell". <b>Se precisa la compra de un recambio (necesaria para la determinación del potencial Z).</b></p>	1






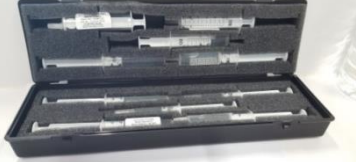


Imagen	Material/Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	<p><i>Etiqueta de identificación SEGAI:</i> ZEN 1002 Auxiliar de MAL500514</p>		
	<p><i>Polymer Microsphere Suspension</i></p> <p><i>Etiqueta de identificación SEGAI:</i> BN:26811 Auxiliar de MAL500514</p>	<p>Se usa para la verificación del equipo. Recomendado realizar cada 6 meses/función del uso.</p>	<p>1</p>
	<p><i>Liquid-filled combination electrodes (KCl + AgCl, 3M)</i></p>	<p>Se usa para la verificación del equipo. Recomendado realizar cada 6 meses/función del uso</p>	<p>1</p>
	<p>DTS1230 Standard de Potencial Z (<i>Zeta Potential Transfer Standard</i>)</p> <p><i>Etiqueta de identificación SEGAI:</i> BN:330401/S Auxiliar de MAL500514</p>	<p>Caja de 10 jeringas de Standard de potencial Zeta Box. Se usa para la verificación del equipo. Recomendado realizar cada 6 meses/función del uso</p>	<p>1</p>

Imagen	Material/Accesorio	Especificaciones	Cantidad (unidad mínima en laboratorio)
	<p>Naranja pH 4.0 (<math>\pm 0.02</math> a 25 °C) Blanco pH 9.0 (<math>\pm 0.02</math> a 25 °C)</p>	<p>Se usa para la verificación del Autotitrador modelo MPT-2. Disolver el polvo de una cápsula en 100 mL de agua destilada.</p>	<p>1</p>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Manual del Zetasizer (Código DE.LCPM.08.01)</li> <li>- Manual del valorador automático del Zetasizer (Código DE.LCPM.08.02)</li> </ul>		<p>2</p>

## Histórico

Fecha	Operación	Resultado	Personal servicio
10 - noviembre - 2006	Alineado de láser en taller de casa comercial	Satisfactorio	
30 - marzo - 2011	Sustitución de tarjeta madre	Satisfactorio	



## ETIQUETAS DE IDENTIFICACIÓN DE EQUIPOS

## POROSÍMETRO DE MERCURIO AUTOPORE IV 9520

<b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b> <b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b>		<b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b> <b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b>	
<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	426	<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	PC-4- Auxiliar de 426
<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>TELEFONO</b>	5203	<b>TELEFONO</b>	5203
<input checked="" type="checkbox"/> <b>APTO</b>	<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>	<input checked="" type="checkbox"/> <b>APTO</b>	<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>

## PICNÓMETRO DE HELIO ACCUPYC 1330

<b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b> <b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b>		<b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b> <b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b>	
<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	3818	<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	CaISt10 Auxiliar de 3818
<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>TELEFONO</b>	5203	<b>TELEFONO</b>	5203
<input checked="" type="checkbox"/> <b>APTO</b>		<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>	
<b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b> <b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b>		<b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b> <b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b>	
<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	CaISt1-3.5 Auxiliar de 3818	<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	JTZZ169531 Auxiliar de 3818
<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>TELEFONO</b>	5203	<b>TELEFONO</b>	5203
<input type="checkbox"/> <b>APTO</b>		<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>	
<b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b> <b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b>			
<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	DTS - Auxiliar de 3818 e Hydrosorb		
<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies		
<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies		
<b>TELEFONO</b>	5203		
<input type="checkbox"/> <b>APTO</b>		<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>	

## MICRODURÓMETRO FISCHERSCOPE H100C XYp

<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>		<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>	
CÓDIGO DE EQUIPO	SN02000491	CÓDIGO DE EQUIPO	PC-2 - Auxiliar de SN02000491
TITULAR DEL EQUIPO	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	TITULAR DEL EQUIPO	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
DEPARTAMENTO	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	DEPARTAMENTO	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
TELEFONO	5203	TELEFONO	5203
<input type="checkbox"/> APTO		<input type="checkbox"/> USO RESTRINGIDO	
<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>		<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>	
CÓDIGO DE EQUIPO	Mesa antivibratoria - Auxiliar de SN02000491	CÓDIGO DE EQUIPO	E07- Auxiliar de SN02000491
TITULAR DEL EQUIPO	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	TITULAR DEL EQUIPO	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
DEPARTAMENTO	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	DEPARTAMENTO	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
TELEFONO	5203	TELEFONO	5203
<input type="checkbox"/> APTO		<input type="checkbox"/> USO RESTRINGIDO	

## REÓMETRO CVO-100

<p>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>		<p>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>	
<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	MAL1048174	<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	PC-1 - Auxiliar de MAL1048174
<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>TELEFONO</b>	5203	<b>TELEFONO</b>	5203
<input checked="" type="checkbox"/> <b>APTO</b>		<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>	
<p>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>		<p>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>	
<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	Geometría 4-40 Auxiliar de MAL1048174	<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	Peltier Auxiliar de MAL1048174
<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>TELEFONO</b>	5203	<b>TELEFONO</b>	5203
<input type="checkbox"/> <b>APTO</b>		<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>	
<p>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>		<p>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>	
<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	Geometría 20 Auxiliar de MAL1048174	<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	Geles patronos Auxiliar de MAL1048174
<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>TELEFONO</b>	5203	<b>TELEFONO</b>	5203
<input type="checkbox"/> <b>APTO</b>		<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>	



## ANALIZADOR DE PARTÍCULA ZETASIZER NANO ZS

<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>		<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>	
<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	MAL500514	<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	PC-6 - Auxiliar de MAL500514
<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>TELEFONO</b>	5203	<b>TELEFONO</b>	5203
<input checked="" type="checkbox"/> <b>APTO</b>		<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>	
<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>		<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>	
<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	MAL510126 Auxiliar de MAL500514	<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	BN:330401/S Auxiliar de MAL500514
<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>TELEFONO</b>	5203	<b>TELEFONO</b>	5203
<input type="checkbox"/> <b>APTO</b>		<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>	
<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>		<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>	
<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	BN:26811 Auxiliar de MAL500514	<b>CÓDIGO DE EQUIPO</b>	ZEN 1002 Auxiliar de MAL500514
<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>TITULAR DEL EQUIPO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies	<b>DEPARTAMENTO</b>	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
<b>TELEFONO</b>	5203	<b>TELEFONO</b>	5203
<input type="checkbox"/> <b>APTO</b>		<input type="checkbox"/> <b>USO RESTRINGIDO</b>	
<p><b>LABORATORIO DE CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS Y MICROSUPERFICIES</b></p> <p><b>ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN</b></p>			

CÓDIGO DE EQUIPO	DTS 1060 Auxiliar de MAL500514
TITULAR DEL EQUIPO	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
DEPARTAMENTO	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
TELEFONO	5203
<input type="checkbox"/> APTO	<input type="checkbox"/> USO RESTRINGIDO

## LISTA DE DOCUMENTOS EN VIGOR

Referencia	R.01/PG-01
Rev.	01

Tipo documentación	Código	Nombre documento	Nº de revisión	Fecha de aprobación	Observaciones
Documentación Externa	DE.LCPM.15	<i>AutoPore IV 9500 Operator's Manual VI.06 Micromeritics</i>	NA	Octubre 2004	Manual de operación del porosímetro de mercurio
Documentación Externa	DE.LCPM.14	<i>AutoPore IV 9500 Operator's Manual VI.04 Micromeritics</i>	NA	Octubre 2001	Manual de operación del porosímetro de mercurio
Documentación Externa	DE.LCPM.10	<i>Operator's Manual V3.03 AccuPyc 1330 Pycnometer Micromeritics</i>	NA	Marzo 2001	Manual de operación del picnómetro de helio
Documentación Externa	DE.LCPM.24	<i>Operating Instructions Microhardness Measurement System, Fischerscope H100C.</i>	NA	Abril 1996	Manual de instrucciones del microdurómetro
Documentación Externa	DE.LCPM.07.01	<i>User Manual for Bohlin Rheometers</i>	NA	Julio 2004	Manual del reómetro
Documentación Externa	DE.LCPM.08.01	<i>Zetasizer Nano series User Manual Malvern Instruments</i>	NA	Julio 2004	Manual del Zetasizer
Documentación Externa	DE.LCPM.08.02	<i>Autotitration MPT-2 User Manual Malvern Instruments</i>	NA	Julio 2004	Manual del valorador automático del Zetasizer

### Responsable de Calidad

Fecha - - 20

Fdo.:

## PLAN DE MANTENIMIENTO PREVENTIVO

Referencia	R.02/PG-04
Rev.	01

Servicio	Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies
----------	---

Equipo	Tipo de mantenimiento		Operación de mantenimiento	Frecuencia	Responsable	Recursos
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Nivel de Hg	Revisar antes de cada análisis	Personal del servicio	Mercurio metálico 99,99%. Ver DE.LCPM.15.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Nivel de aceite puerto de alta presión.	Revisar antes de cada análisis	Personal del servicio	<i>Vacuum pump oil</i> , Micromeritics. Ver DE.LCPM.15.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Nivel de aceite de bomba de vacío	Revisar antes de cada análisis	Personal del servicio	<i>High Pressure Fluid</i> , Micromeritics. Ver DE.LCPM.15.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Drenar disco de Hg	Revisar antes de cada análisis	Personal del servicio	Ver DE.LCPM.15.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Niveles de aceite bomba hidráulica	Cada 6 meses	Personal del servicio	Aceite Mobil 1. Ver DE.LCPM.15.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Reemplazar filtro de bomba de vacío	Cada 600 muestras ó 3 meses	Personal del servicio	Filtro para bomba de vacío. Ver DE.LCPM.15.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input type="checkbox"/> Interno	<input checked="" type="checkbox"/> Externo	Engrasar puertos de baja presión	Cada 600 muestras ó 3 meses	Servicio Técnico	No aplica.

Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input type="checkbox"/> Interno	<input checked="" type="checkbox"/> Externo	Reemplazar cierre ( <i>Seal</i> ) y anillo ( <i>Backup ring</i> ) de alta presión ( <i>HP</i> )	Cada 600 muestras ó 3 meses	Servicio Técnico	No aplica.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input type="checkbox"/> Interno	<input checked="" type="checkbox"/> Externo	Reemplazar junta del reservorio de ventilación de alta presión	Cuando sea requerido	Servicio Técnico	No aplica.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input type="checkbox"/> Interno	<input checked="" type="checkbox"/> Externo	Cambiar aceite bomba de vacío	Cada 1200 muestras ó 6 meses	Servicio Técnico	No aplica.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input type="checkbox"/> Interno	<input checked="" type="checkbox"/> Externo	Revisar válvulas de fuga	Cuando sea requerido	Servicio Técnico	No aplica.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input type="checkbox"/> Interno	<input checked="" type="checkbox"/> Externo	Limpiar válvulas	Cuando sea requerido	Servicio Técnico	No aplica.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input type="checkbox"/> Interno	<input checked="" type="checkbox"/> Externo	Eliminar humedad del sistema	Cuando sea requerido	Servicio Técnico	No aplica.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input type="checkbox"/> Interno	<input checked="" type="checkbox"/> Externo	Reemplazar bananas de baja presión	Cada 600 muestras ó 3 meses	Servicio Técnico	No aplica.
Porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (Código 426)	<input type="checkbox"/> Interno	<input checked="" type="checkbox"/> Externo	Reemplazar bananas de alta presión	Cada 600 muestras ó 3 meses	Servicio Técnico	No aplica.
Picnómetro de helio AccuPyc 1330 (Código 3818)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Engrasar la junta tórica de la tapa de la cámara	Antes de cada análisis	Personal del servicio	Grasa de vacío ( <i>Vacuum grease</i> ). Ver DE.LCPM.10.
Picnómetro de helio AccuPyc 1330 (Código 3818)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Sustituir la junta tórica de la tapa de la cámara	Cuando sea requerido	Personal del servicio	Junta tórica ( <i>O-ring</i> ). Ver DE.LCPM.10.

Picnómetro de helio AccuPyc 1330 (Código 3818)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Comprobar si hay fugas en la cámara de celda	Revisar antes de cada análisis	Personal del servicio	Ver DE.LCPM.10.
Picnómetro de helio AccuPyc 1330 (Código 3818)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Sustituir los filtros de entrada de gas	Cuando sea requerido	Personal del servicio	Filtro de entrada de gas ( <i>inlet filter</i> ). Ver DE.LCPM.10.
Reómetro CVO-100 (Código MAL1048174)	<input checked="" type="checkbox"/> Interno	<input type="checkbox"/> Externo	Comprobar la línea de aire y filtros para detectar signos de agua o aceite. Cambiar los filtros si es necesario.	En función de uso	Personal del servicio	Ver DE.LCPM.07.01

**Responsable del Servicio**

Fecha - - 20

Fdo.:

**Aprobado por el Director**

Fecha - - 20

Fdo.:

## PLAN DE CALIBRACIÓN / VERIFICACIÓN DE EQUIPOS (Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies)

Referencia	R.01/PG-06
Rev.	04

Código	Operación control	Periodicidad	Responsable	Procedimiento	Recursos	Tipo control
426	Calibración penetrómetro	Cuando se adquiera el accesorio	Responsable y técnico del servicio	IT-LCPM-04	Ver IT-LCPM-04	Interno
426	Verificación de funcionamiento de los puertos. Análisis del material de referencia	Cada 6 meses	Responsable y técnico del servicio	IT-LCPM-04	Ver IT-LCPM-04	Interno
426	Calibración y verificación de equipo	Cada 3-4 años	Servicio técnico Bonsai Advanced Technologies	No aplica	No aplica	Externo
3818	Verificación con celda nominal	Cuando se requiera	Responsable y técnico del servicio	IT-LCPM-05	Ver IT-LCPM-05	Interno
3818	Calibración celda nominal, 3,5 cc y 1 cc	Cada 6 meses	Responsable y técnico del servicio	IT-LCPM-05	Ver IT-LCPM-05	Interno
3818	Calibración y verificación de equipo	Cada 3-4 años	Servicio técnico Bonsai Advanced Technologies	No aplica	No aplica	Externo
SN02000491	Verificación de medición. Análisis del material de referencia	En función de uso (no debe exceder de 12 meses)	Responsable y técnico del servicio	IT-LCPM-09	Ver IT-LCPM-09	Interno
SN02000491	Calibración y verificación de equipo	Cada 3-4 años	Servicio técnico Fischer Instruments	No aplica	No aplica	Externo
MAL1048174	Verificación viscosidad y viscoelasticidad. Análisis del material de referencia	Cada 6 meses	Responsable y técnico del servicio	IT-LCPM-10	Ver IT-LCPM-10	Interno

MAL1048174	Calibración y verificación de equipo	Cada 3-4 años	Servicio técnico lesmat S.A	No aplica	No aplica	Externo
MAL500514	Verificación potencial Z y diámetro hidrodinámico. Análisis del material de referencia	Cada 6 meses	Responsable y técnico del servicio	IT-LCPM-11	Ver IT-LCPM-11	Interno
MAL500514	Calibración y verificación de equipo	Cada 3-4 años	Servicio técnico lesmat S.A.	No aplica	No aplica	Externo

<b>Responsable del Servicio</b>
Fecha - - 20
Fdo.:

<b>Director del SEGAI</b>
Fecha - - 20
Fdo.:



**III. CONCLUSIONES**

---

**III. CONCLUSIONS**



En este trabajo de fin de grado se ha identificado y desarrollado la documentación necesaria para incluir las actividades del Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies (LCPM) dentro del alcance de la certificación del sistema de gestión de calidad del SEGAI según la Norma UNE-EN ISO 9001:2015. De forma más detallada se puede concluir lo siguiente:

- Del análisis del contexto del servicio se determinó que:
  - El LCPM comparte infraestructuras y personal con el Servicio de Análisis Térmico (SAT), por lo que el Procedimiento Operativo (PO) debe hacer referencia a los dos servicios.
  - Existe un PO de ambos servicios en estado “borrador”.
  - No hay Instrucciones Técnicas (IT) para todo el equipamiento correspondiente al LCPM, mientras que sí existen para el equipamiento del SAT.
  - Los Procedimientos Generales del Sistema de Gestión de Calidad (SGC) del SEGAI están parcialmente implantados.
- En función del análisis previo, se desarrolló la siguiente documentación:
  - Se modificó el PO existente recogiendo en él de forma detallada todos los procesos relacionados con la prestación de servicio que se realizan en el LCPM-SAT, su correspondiente flujograma, y un alcance que está alineado con la Política de Calidad del SEGAI. Además, se diseñó el formato asociado que garantiza la trazabilidad de las muestras.
  - Se elaboraron cinco ITs que describen el uso detallado de los equipos que carecían de ellas en el LCPM, así como los formatos asociados que permitan realizar el seguimiento de las mismas.
  - Se han cumplimentado los registros pertinentes para que el SGC del SEGAI esté completamente implantado en el servicio.

Está en manos del SEGAI realizar una correcta implementación de los documentos desarrollados que, al igual que el resto de la documentación, son de carácter revisable con el propósito de favorecer la mejora continua del sistema de gestión de la calidad.

In this project, all documents required to include the activities performed by the Particles and Microsurfaces Characterization Laboratory (PMCL) within the scope of the SEGAI quality management system certification according to the UNE-EN ISO 9001:2015 Standard has been identified and prepared. In more detail, it can be concluded that:

- From the Service context analysis, it was determined that:
  - PMCL shares infrastructures and staff with the Thermal Analysis Service (TAS), so the Operational Procedure (OP) should refer to both services.
  - There is a draft OP for both services.
  - There are no Technical Instructions (TI) for all the equipment corresponding to PMCL, whereas there are for the TAS equipment.
  - The General Procedures of the SEGAI Quality Management System (QMS) are partially implemented.
- Based on the previous analysis, the following documentation was prepared:
  - The existing OP was modified, including a detailed list of all the processes related to the provision of services carried out in the PCML-TAS, its corresponding flowchart and a defined scope that is aligned with the SEGAI Quality Policy. In addition, the associated format to guarantee samples traceability was designed.
  - Five TIs that describe the detailed use of those PMCL's equipments that were lacked of them were prepared, as well as the associated formats that allow monitoring of them.
  - All corresponding records from SEGAI QMS have been filled in to make sure that these are well implemented.

It is up to SEGAI to carry out the prepared documents correct implementation, as the rest of the documentation, are susceptible to be reviewed in order to promote continuous QMS improvement.

## **IV. GLOSARIO**

---

- **Calibración:** conjunto de operaciones que permiten establecer, en condiciones específicas, la relación existente entre los valores indicados por un instrumento de medida o un sistema de medida, o los valores representados por una medida materializada o por un material de referencia, y los valores correspondientes de esa medida obtenidos mediante un patrón de referencia.
- **Calidad:** Es el conjunto de características de un producto o servicio que le confiere la aptitud necesaria para satisfacer e incluso superar las expectativas del cliente.
- **Certificación:** Proceso en el que un organismo independiente, mediante unos procesos de evaluación y verificación, declara que un producto o servicio, debidamente identificado, satisface unos requerimientos perfectamente especificados.
- **Documento:** datos que poseen significado y su medio soporte.
- **Información documentada:** es la información que una organización tiene que controlar y mantener, y el medio en que está contenida.
- **Instrucción Técnica (IT):** documento en los que se describen de forma ordenada y detallada todas las operaciones que hay que realizar para llevar a cabo las actividades rutinarias de una organización.
- **ISO:** *International Organization for Standardization* (Organización Internacional para la Estandarización).
- **Manual de la calidad:** documento en el que se especifica el Sistema de gestión de la calidad de una organización.
- **NA:** abreviación utilizada para indicar la omisión de información existente en un campo de una tabla, listado o formulario, por motivo de no aplicarse en el caso particular de la cuestión, o simplemente por no estar disponible dicha información.
- **Normas:** son documentos que contienen especificaciones técnicas de aplicación voluntaria.
- **Organismos de Normalización:** son los responsables de la elaboración, revisión, aprobación y difusión de las normas.

- **Política de la calidad:** objetivos y compromiso del organismo respecto a la calidad formulada por la dirección del organismo.
- **Proceso:** conjunto de actividades mutuamente relacionadas o que interactúan, las cuales transforman elementos de entrada en resultados.
- **Procedimiento:** forma especificada para llevar a cabo una actividad o un proceso.
- **Registro:** documento que presenta resultados obtenidos o proporciona evidencia de actividades desempeñadas.
- **SEGAI:** Servicios Generales de Apoyo a la Investigación de la Universidad de La Laguna (ULL).
- **Sistema de gestión de calidad (SGC):** conjunto de normas y estándares internacionales que se interrelacionan entre sí para hacer cumplir los requisitos de calidad que una empresa requiere para satisfacer los requerimientos acordados con sus clientes a través de una mejora continua, de una manera ordenada y sistemática.
- **Satisfacción del cliente:** percepción del cliente sobre el grado en que se han cumplido sus requisitos y/o expectativas.
- **Trazabilidad:** capacidad para seguir la historia, la aplicación o la localización de todo aquello que está bajo consideración.
- **UNE:** Una Norma Española.
- **UNE-EN ISO 9001:** Norma Internacional que especifica los requisitos para un sistema de gestión de la calidad.
- **Verificación:** confirmación, mediante examen y presentación de pruebas, de que se han cumplido los requisitos especificados.





## **V. BIBLIOGRAFÍA**

---

- [1] ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, AENOR. UNE-EN ISO 9000:2015 Sistemas de gestión de la calidad. Fundamentos y vocabulario. Madrid, 2015.
- [2] ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, AENOR. UNE-EN ISO 9001:2015 Sistemas de gestión de la calidad. Requisitos. Madrid, 2015.
- [3] ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, AENOR. UNE-EN ISO 9004:2009 Gestión para el éxito sostenido de una organización. Enfoque de gestión de la calidad. Madrid, 2009.
- [4] ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, AENOR. UNE-ISO/TS 9002:2017 Sistemas de gestión de la calidad. Directrices para la aplicación de la Norma ISO 9001:2015.
- [5] ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, AENOR. Revista de la normalización y la certificación, nº 296. Septiembre, 2014. Disponible en: <http://www.aenor.com/revista/completos/296/#/14/>
- [6] ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, AENOR. UNE-EN ISO 9001:2008. Sistemas de gestión de calidad. Requisitos. Madrid, 2008.
- [7] GÓMEZ, J.A. (ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, AENOR). Guía para la aplicación de UNE-EN ISO 9001:2015. Madrid, 2015.
- [8] Reglamento de funcionamiento del Servicio General de Apoyo a la Investigación, dirección URL: [http://www.ull.es/Private/folder/institucional/ull/wull/la\\_institucion/legislacion/investigacion/Reglamento\\_funcionamientoSEGAI.pdf](http://www.ull.es/Private/folder/institucional/ull/wull/la_institucion/legislacion/investigacion/Reglamento_funcionamientoSEGAI.pdf)
- [9] Web de referencia del SEGAI: [www.segai.ull.es](http://www.segai.ull.es)
- [10] Tarifas de precios del SEGAI, dirección URL: <http://www.segai.ull.es/serviceFiles/tarifasSEGAI2017.pdf>
- [11] Laboratorio de Caracterización de Partículas y Microsuperficies. Datos del Servicio, SEGAI [Sede Web]. Disponible en: <http://www.segai.ull.es/services/17-laboratorio-de-caracterizacion-de-particulas-y-microsuperficies>

