

# CALIBRACIÓN DE EQUIPO LECO CON ESTÁNDAR DE AZUFRE

|                                                            |                                        |                                       |
|------------------------------------------------------------|----------------------------------------|---------------------------------------|
| <b>Código:</b><br>LB-ST-GPD-LQC-0089                       | <b>Revisión:</b><br>07                 |                                       |
| <b>Emitido por:</b><br>Laboratorio Químico<br>Metalúrgico. | <b>Revisado por:</b><br>Ximena Moreira | <b>Aprobado por:</b><br>Maritza Jofre |
| <b>Fecha :</b> 06/07/2019                                  | <b>Fecha :</b> 20-09-2024              | <b>Fecha :</b> 20-09-2024             |

| <b>Fecha de primera Edición:</b> 06/07/2019 |            |                                                                   |                      |
|---------------------------------------------|------------|-------------------------------------------------------------------|----------------------|
| Revisión                                    | Fecha      | Descripción del Cambio                                            | Responsable          |
| 01                                          | 06/07/2019 | Creación de instructivo                                           | Jefe de laboratorios |
| 02                                          | 04/01/2020 | Revisión, encuadernación.                                         | Jefe de laboratorios |
| 03                                          | 05/06/2021 | Revisión de la actividad, actualización.                          | Jefe de laboratorios |
| 04                                          | 10/11/2021 | Revisión de la actividad, códigos y actualización                 | Jefe de laboratorios |
| 05                                          | 30/07/2023 | Revisión de la actividad, códigos y actualización                 | Jefe de laboratorios |
| 06                                          | 30-06-2024 | Cambio de Codificación                                            | Jefe de laboratorios |
| 07                                          | 20-09-2024 | Actualización de acuerdo con el control documental (sin vigencia) | Jefe de Laboratorio  |
|                                             |            |                                                                   |                      |
|                                             |            |                                                                   |                      |

|                                                                                                       |        |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|
| Código : LB-ST-GPD-LQC-0089                                                                           | 1 de 6 |
| Aprobado por : Maritza Jofre C                                                                        |        |
| Última Revisión : 20-09-2024                                                                          |        |
| Revisión : 07                                                                                         |        |
| <b>Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026</b> |        |

# CALIBRACIÓN DE EQUIPO LECO CON ESTÁNDAR DE AZUFRE

## 1. OBJETIVOS.

Establecer la metodología analítica para la correcta calibración del equipo LECO con estándar de azufre certificado.

## 2. RECURSOS MATERIALES.

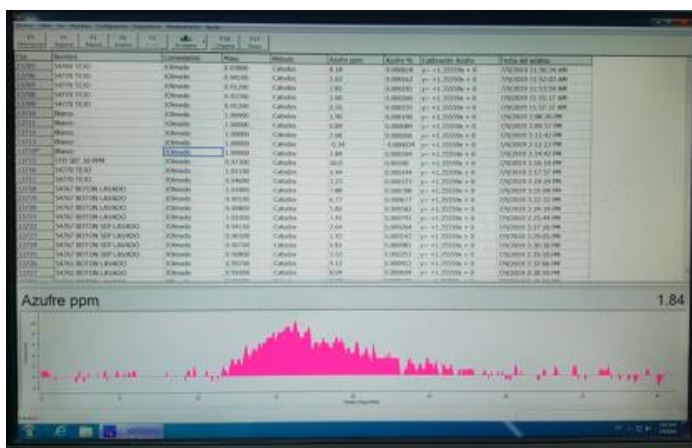
- 2.1 Estándar de Calibración LECO, u otro similar estándar azufre certificado.
- 2.2 Determinador de azufre LECO.
- 2.3 Lecocel III (fundente para cobre).
- 2.4 Crisoles refractarios.
- 2.5 PC HP (Windows Xp).
- 2.6 Balanza Analítica Sartorius CPA-223S, TE153S.
- 2.7 Software LECO.

## 3. GENERALIDADES.

La calibración es un proceso que ajusta la precisión del instrumento a la de una muestra estándar de concentración conocida. Para mantener la precisión del equipo primero se realiza una calibración en blanco, luego una calibración estándar y como mantenimiento diario tanto la calibración en blanco como la corrección de deriva.

## 5. DESCRIPCION DE LA ACTIVIDAD

- 5.1 Realizar una limpieza general al sistema de combustión del equipo antes de comenzar la calibración (cambios de filtros, o-rings y anhidrona).
- 5.2 Iniciar la sesión procurando encender el equipo una 1 hora antes de usar, luego abrir el software, encender el gas oxígeno y esperar otra hora más.
- 5.3 Aparece una hoja de cálculo en la cual están los comandos para el uso del equipo.



HOJA DE CÁLCULO DEL SOFTWARE DEL EQUIPO LECO

Código : LB-ST-GPD-LQC-0089

Aprobado por : Maritza Jofre C

Revisión : 07

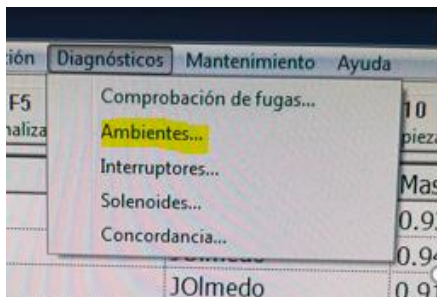
Última Revisión : 20-09-2024

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

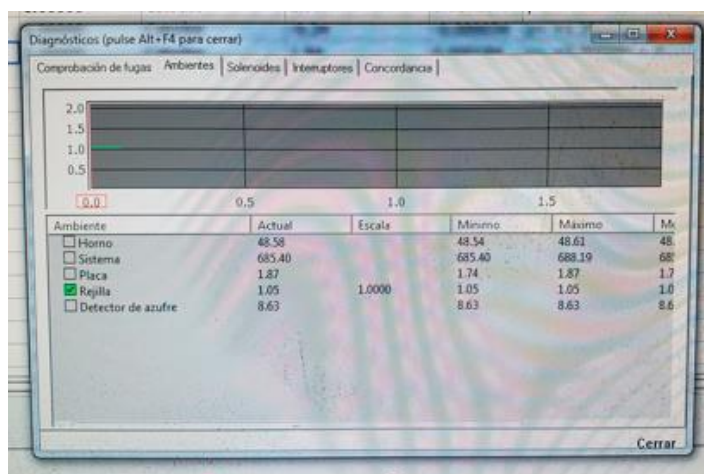
2 de 6

## CALIBRACIÓN DE EQUIPO LECO CON ESTÁNDAR DE AZUFRE

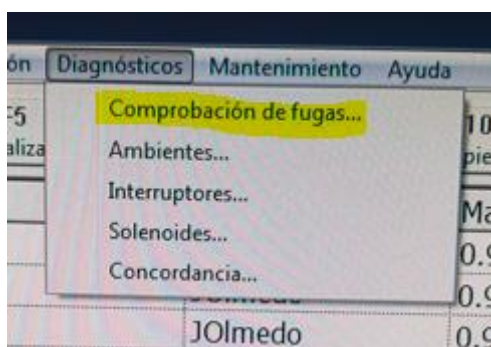
- 5.4 Verificar que el horno esté encendido y que haya alcanzado el nivel adecuado de temperatura, para ello consultar el *Monitor de ambiente* en la hoja de cálculo presionando el botón *Diagnóstico/Ambientes*. Los siguientes son los parámetros normales de funcionamiento del equipo.



Los siguientes son los parámetros normales de funcionamiento del equipo: Temperatura del horno de 48 °C y una presión de 750 mmHg.

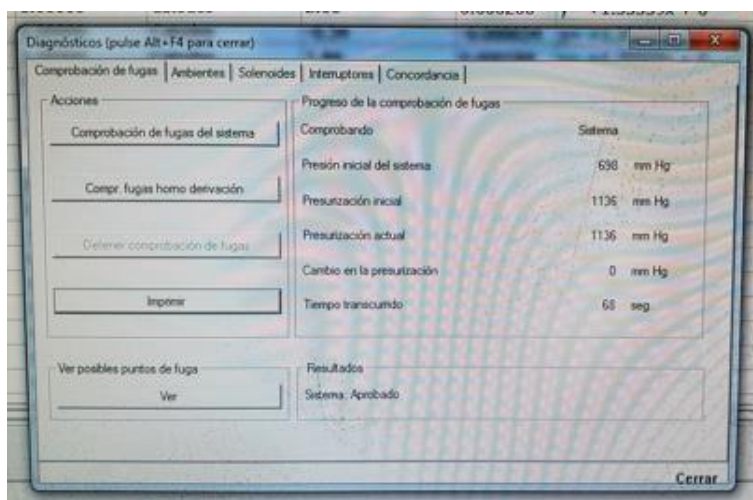


- 5.5 Realizar una comprobación de fugas del equipo: En la hoja de cálculo presionar el botón *Diagnósticos/Comprobación de fugas*.



- 5.6 Realizar una *Comprobación de fugas del sistema* y una *Comprobación de fugas del horno de derivación*. Si ambas comprobaciones son aprobadas continuar con el siguiente paso, de lo contrario revisar el equipo en busca de fugas y avisar a su supervisor.

# CALIBRACIÓN DE EQUIPO LECO CON ESTÁNDAR DE AZUFRE



- 5.7 Seleccionar *Cátodo* usando la lista desplegable en la casilla *Método* de la hoja de cálculo.

| F1          | F3         | F4          | F5       | F6      | F7         | F8       | F9                 | F10                  | F11 |
|-------------|------------|-------------|----------|---------|------------|----------|--------------------|----------------------|-----|
| Información | Registrar  | Inicio      | Análisis | Fin     | En espera  | Limpieza | Pausa              |                      |     |
| Fila        | Nombre     | Comentarios | Mesa     | Método  | Azufre ppm | Azufre % | Calibración Azufre | Fecha del análisis   |     |
| 13205       | 54769 TEJO | 30Imado     | 0.93800  | Catodos | 8.18       | 0.000618 | y= +1.35559x + 0   | 7/9/2019 11:50:34 AM |     |
| 13206       | 54770 TEJO | 30Imado     | 0.93800  | Catodos | 8.18       | 0.000618 | y= +1.35559x + 0   | 7/9/2019 11:50:34 AM |     |

- 5.8 Analizar de 3 a 5 muestras de blanco para purgar el sistema antes del análisis.
- 5.9 Realizar primero una calibración de blanco y luego una calibración de estándar de azufre.

## Calibración en blanco.

- 5.10 Seleccionar *Blanco* utilizando la lista desplegable en la casilla *Nombre* de la hoja de cálculo.
- 5.11 Realizar 5 análisis de blanco utilizando solo fundente; acelerador Lecocel III.
- 5.12 Colocar una espátula de fundente en un crisol, presionar el botón negro del equipo para bajar el pistón del analizador, tomar el crisol con pinzas y colocarlo en el pedestal, cerrar el pistón presionando el mismo botón. Con esto se dará comienzo al análisis.
- 5.13 Al finalizar el análisis bajar el pistón y retirar cuidadosamente el crisol con las pinzas, depositarlo en el receptáculo que está al costado derecho del equipo (crisol con alta temperatura).
- 5.14 Repetir 4 veces los pasos 5.8 y 5.11.
- 5.15 Seleccionar los 5 resultados de análisis del blanco en la hoja de cálculo y hacer clic en *Configuración /Blanco*.
- 5.16 En la ventana emergente, el software muestra los datos en azul para alertar al operador que los datos han cambiado, mostrando la medición actual y la nueva.
- 5.17 Hacer clic en *Aceptar* para calcular el blanco del sistema en base a los resultados de los análisis obtenidos en el paso 5.8.

Código : LB-ST-GPD-LQC-0089

Aprobado por : Maritza Jofre C

Última Revisión : 20-09-2024

Revisión : 07

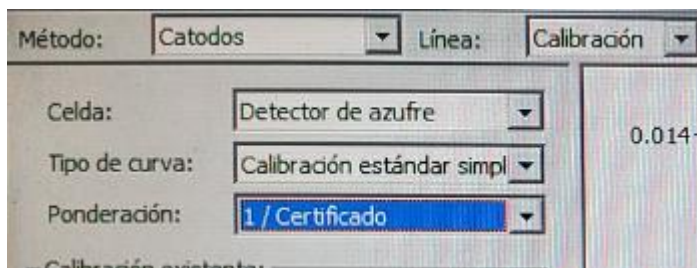
Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

# CALIBRACIÓN DE EQUIPO LECO CON ESTÁNDAR DE AZUFRE

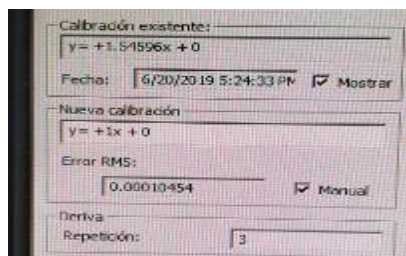
## Calibración estándar

5.18 Seleccionar *Configuración/calibración/Editar calibración* en la hoja de cálculo.

5.19 Verificar que la celda, el tipo de curva y la ponderación sea la correcta.



5.20 Hacer clic en la opción *Manual*, e ingrese la nueva ecuación  $y=+1x + 0$  en el cuadro de *Nueva calibración*. Hacer clic en *Aceptar* y luego *Guardar*.



5.21 Realizar 5 análisis del estándar certificado LECO.

5.22 Seleccionar un estándar utilizando la lista desplegable en la casilla *Nombre* de la hoja de cálculo.

5.23 Tarar un crisol en la balanza, tomar un pin de estándar de azufre con pinzas y colocarlo en el crisol, registrar el peso presionando la tecla de la balanza, el peso del pin se reflejará en la hoja de cálculo.

5.24 Adicionar una espátula de fundente Lecocel III al crisol.

5.25 Bajar el pistón del equipo y tomar el crisol con pinzas, colocarlo sobre el pedestal, cerrar el pistón para comenzar el análisis.

5.26 Al finalizar el análisis bajar el pistón y retirar cuidadosamente el crisol con las pinzas, depositarlo en el receptáculo que está al costado derecho del equipo (crisol con alta temperatura).

5.27 Repetir 4 veces los pasos 5.21 al 5.24.

5.28 Seleccionar los resultados de los análisis en la hoja de cálculo haga clic en *Configuración/Calibración/Nueva calibración*.

5.29 Revisar los datos para ver si están correctos, si uno de ellos se sale mucho de la curva desmarcarlos en la grilla.

# CALIBRACIÓN DE EQUIPO LECO CON ESTÁNDAR DE AZUFRE

| 0.00010.00020.00030.00040.00050.00060.00070.0008 |          |                                     |         |             |            |         |              |        |               |             |                   |
|--------------------------------------------------|----------|-------------------------------------|---------|-------------|------------|---------|--------------|--------|---------------|-------------|-------------------|
| Área                                             |          |                                     |         |             |            |         |              |        |               |             |                   |
| Fila                                             | Estándar | Deriva                              | Masa    | Certificado | Calculado  | Error % | Error ante % | Peso   | Área del peso | Ponderación | Fecha             |
| 1*                                               | 502-937  | <input checked="" type="checkbox"/> | 0.99700 | 0.0011600   | 0.0013096  | 12.698  | 12.898       | 38.000 | 0.0004458     | 864.56      | 06/20/19 05:10 PM |
| 2                                                | 502-937  | <input checked="" type="checkbox"/> | 0.99600 | 0.0011600   | 0.0011635  | 0.29814 | 0.29814      | 48.000 | 0.00074957    | 865.53      | 06/20/19 05:12 PM |
| 3                                                | 502-937  | <input checked="" type="checkbox"/> | 0.99500 | 0.0011600   | 0.0011516  | 0.72237 | 0.72237      | 53.000 | 0.00073971    | 868.15      | 06/20/19 05:13 PM |
| 4                                                | 502-937  | <input checked="" type="checkbox"/> | 0.99800 | 0.0011600   | 0.00093962 | -18.998 | 18.998       | 24.000 | 0.00060528    | 861.80      | 06/20/19 05:15 PM |
| 5                                                | 502-937  | <input checked="" type="checkbox"/> | 0.99700 | 0.0011600   | 0.0011876  | 2.3727  | 2.3727       | 48.000 | 0.00076508    | 864.66      | 06/20/19 05:16 PM |
| 6                                                | 502-937  | <input checked="" type="checkbox"/> | 0.99500 | 0.0011600   | 0.0011994  | 2.3963  | 3.3963       | 53.000 | 0.0007195     | 866.40      | 06/20/19 05:18 PM |
| 7                                                | 502-937  | <input checked="" type="checkbox"/> | 0.99700 | 0.0011600   | 0.0011029  | -4.9232 | -4.9232      | 39.000 | 0.00071126    | 864.66      | 06/20/19 05:20 PM |

5.30 Hacer clic en *Manual* para quitar el ticket. La nueva ecuación aparecerá en el recuadro de *Calibración nueva*

5.31 Haga clic en *Aceptar* para guardar la nueva calibración, realizar una deriva o recálculo si el sistema lo solicita.

## 6. MEDIDAS DE PREVENCIÓN

Es muy importante que para cualquier actividad a realizar en el laboratorio químico se utilicen los equipos de protección personal (EPP), los que son de usos obligatorio y son: guantes de nitrilo, gafas de seguridad, tenida antiácida, tenazas, delantal blanco y zapatos de seguridad.

Código : LB-ST-GPD-LQC-0089

Aprobado por : Maritza Jofre C

Última Revisión : 20-09-2024

Revisión : 07

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

6 de 6