

PROPUESTA DE DOCUMENTACION DE VALIDACION DE METODOS PARA CUMPLIR CON LA NORMA ISO/IEC 17025:1999

J. Angel Moreno

Centro Nacional de Metrología, Laboratorio de Impedancia
km 4,5 Carretera a los Cués, 76241, El Marqués, Qro., México
+52 (442) 211 05 00, +52 (442) 211 05 48, jmoreno@cenam.mx

Resumen: Conforme a la norma ISO/IEC 17025:1999 los métodos normalizados que son usados fuera de su alcance, o que hayan sido modificados, así como los métodos no-normalizados, diseñados o desarrollados por un laboratorio de calibración o ensayo deberán ser validados. Cuando el método usado sea normalizado y sea aplicado sin modificación alguna dentro de su alcance, el laboratorio deberá confirmar que puede operar el método. Para el caso de la validación de un método, se requiere considerar aspectos como el propósito y alcance del método, descripción general, evaluación y conclusiones, los cuales son tomados en cuenta en la propuesta presentada, donde el aspecto de evaluación del método será el centro del documento, el cual mostrará la manera en que técnicamente se demuestra que el método se ajusta al propósito perseguido. En este trabajo serán mostrados dos ejemplos sencillos que ilustraran la propuesta presentada.

INTRODUCCION

El apartado 5.4.2 de la norma ISO/IEC 17025:1999 (llamada de aquí en adelante "Norma 17025") señala que un laboratorio de calibración o de prueba debe usar métodos que satisfagan las necesidades del cliente, usando preferentemente métodos publicados en normas (métodos normalizados) [1].

No obstante lo anterior, la norma 17025 indica que es posible usar métodos desarrollados o adaptados (métodos no normalizados), siempre y cuando éstos sean los apropiados y hayan sido validados.

Cuando el laboratorio usa métodos normalizados, éste deberá confirmar que puede operarlos. Si el método llegara a cambiar esta confirmación debe ser repetida.

Cualquiera que sea el caso, el laboratorio deberá disponer de un documento que muestre que ha llevado a cabo dicha confirmación o validación de métodos.

En el campo de metrología eléctrica, los métodos de calibración normalizados son escasos, por lo que los laboratorios de calibración usan métodos publicados en artículos técnicos o provenientes de bibliografía existente. Por ello, para dar cumplimiento a los requisitos de la norma 17025 se requiere validar los métodos usados por medio de una técnica adecuada, y elaborar la documentación correspondiente de manera estructurada, clara y con respaldo técnico sólido.

DISCUSIÓN SOBRE TÉCNICAS DE VALIDACIÓN

Un método de medición es una secuencia lógica de las operaciones, descritas de manera genérica, utilizadas en la ejecución de las mediciones [2].

Para determinar el desempeño de un método se requiere emplear una técnica de validación.

La nota 2 del apartado 5.4.5.2 de la norma 17025 indica 5 técnicas usadas para validar métodos. Estas técnicas no forman parte de la norma 17025 en virtud de que se localizan en una nota de la misma, de forma que de ninguna manera son mandatorias ni exclusivas, sin embargo sirven como una guía inicial para llevar a cabo la validación de métodos.

A continuación se enumeran las técnicas señaladas por la norma definiendo en cada caso la posición del autor en relación a su aptitud para lograr la determinación del desempeño de un método.

- a) Calibración usando patrones de referencia o materiales de referencia. El uso de patrones de referencia constituye el mejor punto de partida para llevar a cabo una calibración, pero esta acción no contribuye a definir la validez del método. Por el contrario, si el resultado de la calibración es comparado con un patrón o material de referencia y existe coincidencia, entonces la validación del método puede lograrse.
- b) Comparación de resultados alcanzados con otros métodos. Cuando los resultados de dos (o más) métodos coinciden, considerando su incertidumbre y usando patrones de referencia, se demuestra que los principios teóricos y

desempeño individual son consistentes entre sí, de modo que prácticamente se garantiza la validez de los métodos comparados.

- c) Comparaciones entre laboratorios. De manera similar al caso anterior, cuando los resultados de varios laboratorios coinciden, considerando su incertidumbre, y éstos fueron obtenidos por medio de métodos distintos usando patrones de referencia, la validez de los métodos queda prácticamente garantizada. Sin embargo, si los resultados fueron obtenidos con un método común la garantía de validez podría ser limitada.
- d) Evaluación sistemática de los factores que tienen influencia en los resultados. Un método desarrollado incorrectamente puede tener errores sistemáticos que pueden causar en el resultado un efecto mayor al producido por los factores de influencia evaluados. Por ello, la garantía de esta técnica para validar un método es limitada.
- e) Evaluación de la incertidumbre de los resultados con base en el conocimiento científico de los principios teóricos del método y de la experiencia práctica. En muchas ocasiones, principalmente en laboratorios nacionales, el desarrollo de métodos alternos para validar métodos resulta ser muy caro y complicado. Adicionalmente, la comparación entre laboratorios no siempre es posible debido a la disponibilidad de patrones viajeros adecuados, altos costos y logística de transporte en muchos casos. Por ello, la validación de métodos se respalda mediante esta técnica, empleando exhaustivamente argumentos científicos ampliamente descritos y desarrollados, análisis de resultados de experimentos, evaluaciones, caracterizaciones y, en general, datos que permitan determinar la validez del método. La garantía que ofrece esta técnica resulta ser limitada, pues los posibles errores sistemáticos del método pueden no estar considerados en la evaluación de incertidumbre. Esta técnica no es exclusiva de laboratorios nacionales, pero requiere una profunda y exhaustiva documentación.

PROPUESTA DE DOCUMENTACIÓN DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS

Sin importar cuál sea la técnica de validación usada, la norma 17025 indica en su apartado 5.4.5.2 que la validación debe ser tan extensiva como sea necesario, debiéndose registrar:

- Resultados obtenidos,
- Procedimiento usado para la validación, y
- Declaración acerca de que el método se ajusta para el uso propuesto.

Con base en estos requisitos, se propone realizar un documento sencillo que contenga estos elementos, además de tener una estructura clara y lógica, que permita determinar técnicamente la validez de un método.

La estructura del documento propuesto consiste de 5 secciones que se describen con detalle a continuación:

1. Título. Esta sección contiene una descripción general del documento, haciendo referencia al tipo genérico de calibración y al método a validar.
2. Alcance e Incertidumbre que persigue el método. Aquí se define el tipo de prueba o calibración pretendida y límites del método, así como la incertidumbre asociada que pretende dicho método. Esta información es importante debido a que ésta será la meta a lograr usando el método propuesto, y servirá de parámetro para determinar la validez del método.
3. Descripción del Método. En esta sección se brinda una explicación general del principio teórico y de los principales detalles operativos del método. Los detalles y operaciones particulares del método generalmente deberán ser encontrados en el procedimiento de calibración.
4. Evaluación del Método. Esta sección ocupará la parte principal del documento. Aquí se dará una explicación y detalles técnicos del procedimiento de validación empleado. Se mostrarán los resultados e incertidumbre obtenidos y la comparación de ésta información con el alcance e incertidumbre perseguidos con el método.
5. Conclusión. Si los resultados comparativos de la sección 4 justifican la validez del método en esta sección se declarará que el método es válido. Si los resultados son desfavorables esta declaración será negativa y el método no queda validado. Los resultados desfavorables permiten mejorar el método o re-determinar el alcance e incertidumbre del mismo, en cuyo caso el documento servirá como evidencia documental del desarrollo del método.

Una vez elaborado este documento no es necesario modificarlo mientras el método no sufra cambios y sea aplicable al alcance e incertidumbre definidos.

A continuación se presentarán dos ejemplos de la aplicación de esta propuesta de documentación de validación de métodos a los casos específicos de las técnicas de validación “c” y “e” respectivamente.

EJEMPLO 1: VALIDACIÓN POR COMPARACIÓN CON OTRO LABORATORIO

Consideremos la necesidad de validar el método de calibración indirecta de resistores patrón eligiendo la técnica de validación por comparación con otro laboratorio.

El anexo 1 muestra el documento completo de validación de este ejemplo, el cual contiene las 5 secciones propuestas.

En este caso, los resultados obtenidos con el método fueron comparados con los entregados por un laboratorio nacional. La comparación de resultados muestra que ambas mediciones son equivalentes dentro de un intervalo de confianza, el cual considera la incertidumbre de la medición y la diferencia de valores encontrada. Este intervalo es comparado con el alcance e incertidumbre del método, encontrándose que se logran resultados técnicamente válidos, con lo cual se concluye que el método es válido.

El documento es sencillo, ordenado, comprensible y contundente en su conclusión. En cuanto a su elaboración se espera que tome poco tiempo en su redacción y sólo requerirá suficiente tiempo previo para analizar los resultados.

EJEMPLO 2: VALIDACIÓN MEDIANTE LA EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CON BASE EN CONOCIMIENTOS CIENTÍFICOS DE LOS PRINCIPIOS TEÓRICOS DEL MÉTODO Y EXPERIENCIA PRÁCTICA

Consideremos ahora el caso de validación del método de calibración indirecta de inductores patrón mediante un sistema de medición basado en un puente Maxwell-Wien, eligiendo la técnica de validación por evaluación de la incertidumbre con base en conocimientos científicos de los principios teóricos del método y experiencia práctica.

El anexo 2 muestra el documento completo de validación de este ejemplo.

De igual manera que en el ejemplo anterior el documento contiene las 5 secciones propuestas. En este caso se busca proveer elementos científicos y experimentales para dar validez al método, los cuales

se encontrarán esencialmente en la sección “Evaluación del Método”.

Como se puede observar no sólo es necesario describir el método, sino que además se requiere explicar ampliamente el principio teórico del mismo. Se agregan datos y resultados de caracterizaciones de patrones, conexiones, efectos de condiciones ambientales, estabilidad, dispersión de mediciones, etc.

Finalmente, la evaluación del método reúne la información concerniente a la incertidumbre de la medición, y los resultados son comparados con el alcance del método. El margen encontrado entre los resultados y el alcance del método, en relación a la incertidumbre, resulta ser amplio, lo cual de alguna manera subsana las limitantes que puede tener esta técnica de validación.

Cabe resaltar, que mientras mayor información teórica y experimental sea aportada mayor solidez podrá tener la validación de métodos empleando esta técnica.

Adicionalmente, la documentación no resulta sencilla y requiere mucho trabajo previo, sin embargo la estructura del documento facilita esta tarea.

CONCLUSIONES

Los laboratorios que desean cumplir con la norma 17025 deben documentar la confirmación de sus métodos normalizados y la validación de sus métodos no normalizados empleados.

La norma ISO/IEC 17025 no establece ninguna técnica de validación obligatoria, sin embargo contiene información que sirve de guía para este fin.

La propuesta de documentación considera los requisitos de la norma ISO/IEC 17025 y procura que la conclusión del documento de validación tenga un soporte técnico sólido. Provee además claridad al documento y posibilita la re-determinación de los alcances e incertidumbre del método, así como su mejora.

Se considera que con la aplicación de esta propuesta es posible lograr la uniformidad de la documentación de validación en distintos laboratorios, facilitando así la tarea de evaluación respectiva.

REFERENCIAS

- [1] ISO/IEC 17025:1999, "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories", 1999.
- [2] NMX-Z-055-1996-IMNC, "Metrología-Vocabulario de términos fundamentales y generales".

ANEXO 1

EJEMPLO 1: VALIDACIÓN POR COMPARACIÓN CON OTRO LABORATORIO

**VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE CALIBRACIÓN
DE RESISTORES PATRÓN POR MÉTODO INDIRECTO****ALCANCE E INCERTIDUMBRE QUE PERSIGUE
EL MÉTODO**

Calibración de resistores patrón con valor de 1Ω con una incertidumbre expandida de $\pm 8 \mu\Omega/\Omega$, a 25°C en baño de aceite y con una corriente de 100 mA.

DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO

El método indirecto consiste en hacer circular una corriente conocida por el resistor empleando una fuente de corriente, cambiando su polaridad, y midiendo la caída de tensión en el resistor mediante un voltmetro. El valor del resistor se calcula por medio de la ley de Ohm.

EVALUACIÓN DEL MÉTODO

Empleando el sistema de medición desarrollado y el procedimiento de calibración PC-006/05 se calibró el resistor LN-348, obteniéndose el siguiente resultado de calibración:

$$R_x = 1,000\,009\,1 \Omega \pm 5,4 \mu\Omega/\Omega$$

$$k = 2,0 \text{ para } p \approx 95 \%$$

El resistor LN-348 fue enviado a calibrar al CENAM, y los resultados reportados en el Certificado de Calibración CNM-CC-480-78/2005 son los siguientes:

$$R_x = 1,000\,008\,7 \Omega \pm 1,2 \mu\Omega/\Omega$$

$$k = 2,0 \text{ para } p \approx 95 \%$$

Ambos resultados se ilustran gráficamente en la figura 1.

Los resultados obtenidos con el método indirecto tienen una equivalencia con los resultados del CENAM de aproximadamente 95 % dentro de un intervalo de $\pm 5,5 \mu\Omega/\Omega$, considerando la diferencia existente entre ambas mediciones y su incertidumbre.

La incertidumbre alcanzada con el método indirecto, incluyendo la comparación de resultados con el CENAM, es menor a $\pm 8 \mu\Omega/\Omega$.

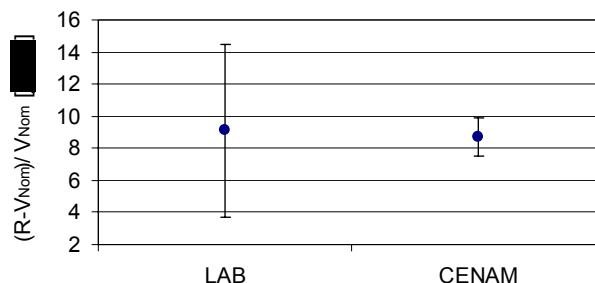


Fig. 1 Expresión gráfica de las mediciones del Resistor LN-348.

CONCLUSIONES

Considerando los resultados de la evaluación y el alcance e incertidumbre perseguidos por el método indirecto, se declara que el método es VÁLIDO para realizar la calibración de resistores patrón con valor de 1Ω con una incertidumbre expandida de $\pm 8 \mu\Omega/\Omega$, a 25°C en baño de aceite con una corriente de 100 mA.

ANEXO 2

EJEMPLO 2: VALIDACIÓN MEDIANTE LA EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CON BASE EN CONOCIMIENTOS CIENTÍFICOS DE LOS PRINCIPIOS TEÓRICOS DEL MÉTODO Y EXPERIENCIA PRÁCTICA

VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE CALIBRACIÓN INDIRECTA DE INDUCTORES PATRÓN MEDIANTE EL PUENTE MAXWELL-WIEN

ALCANCE E INCERTIDUMBRE QUE PERSIGUE EL MÉTODO

Calibración de inductores patrón con valor de 10 mH y factor de calidad menor a 10, con una incertidumbre expandida de ± 50 µH/H, a temperatura ambiente de 23 °C y frecuencia de medición de 1 kHz.

DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO

Empleando dos resistores y un capacitor patrón conectados a un inductor patrón a medir, siguiendo la configuración de un puente Maxwell-Wien, se realizan dos balances del puente ajustando el valor del capacitor patrón, con cuyo valor se calcula el valor del inductor patrón a medir.

EVALUACIÓN DEL MÉTODO

La configuración del puente Maxwell-Wien es la mostrada en la figura 1.

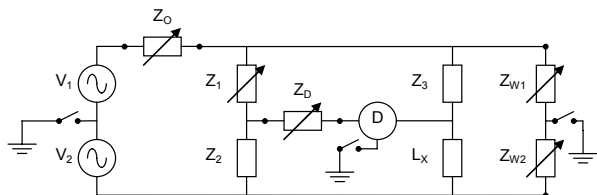


Fig. 1 Configuración del puente Maxwell-Wien.

Las impedancias fijas están constituidas por elementos resistivos y capacitivo patrón que permitirá determinar el valor de la impedancia a medir, mientras que las impedancias variables permiten realizar el balance del puente. El detector D es un comparador de corriente para realizar el balance de Wagner para la configuración Thompson del puente.

La ecuación fundamental del puente en balance, considerando los principales elementos parásitos del puente, es:

$$L_X = R_2 R_3 (C + C_{V1} - C_{V2}) + C(R_2 R_3' + R_3 R_2') + L_{RD} + \alpha_X (23 - T_X) \tag{1}$$

Los resistores patrón fueron calibrados en c.c. y caracterizados en frecuencia de 10 Hz a 1 kHz para

obtener su curva de respuesta en frecuencia como la mostrada en la figura 2, con una incertidumbre combinada de ± 2,5 µΩ/Ω a 1 kHz. El valor de los resistores se mantuvo conocido dentro de ± 2,9 µΩ/Ω durante un año.

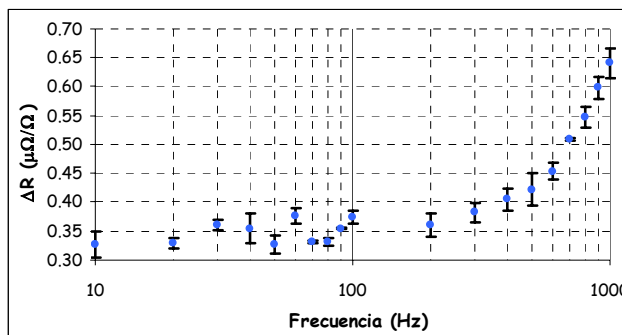


Fig. 2 Respuesta en frecuencia del Resistor R2.

El capacitor patrón fue calibrado a 1 kHz con una incertidumbre de ± 6,5 µF/F, y su valor se mantuvo conocido dentro de ± 2,9 µF/F durante un año.

La inductancia parásita total de las conexiones del puente, mostradas en la figura 3, fue evaluada con una incertidumbre de ± 2,0 µH/H.

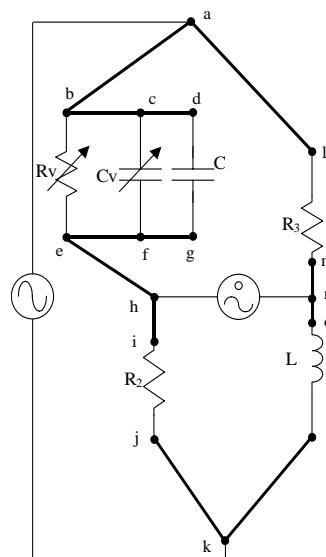


Fig. 3 Conexiones internas del puente Maxwell-Wien.

Se realizaron 25 mediciones a 4 inductores durante 6 semanas, las cuales se muestran gráficamente en la figura 4. Las mediciones tuvieron una dispersión menor a $\pm 10 \mu\text{H}/\text{H}$.

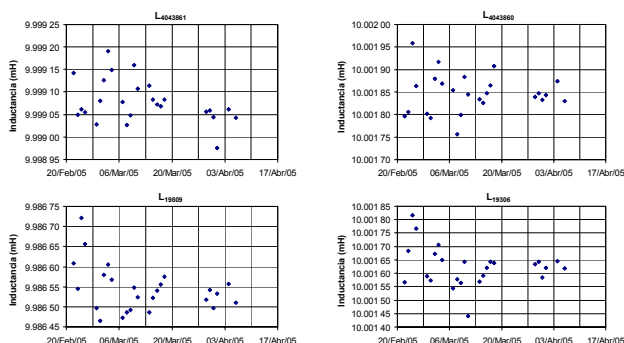


Fig. 4 Mediciones de los inductores L₁, L₂, L₃ y L₄.

La temperatura de los inductores fue medida por medio de un termómetro de resistencia de platino calibrado con incertidumbre de $\pm 0,02 \text{ }^\circ\text{C}$, y el valor de cada inductor fue corregido a una temperatura nominal de $23 \text{ }^\circ\text{C}$.

El coeficiente de temperatura nominal de los inductores es de $+30 \mu\text{H}/\text{H}$ por $^\circ\text{C}$ y la estabilidad de la temperatura de los inductores se mantuvo dentro de $\pm 0,4 \text{ }^\circ\text{C}$ durante las mediciones, tal como se muestra en la figura 5, lo cual produjo una incertidumbre por corrección de temperatura de $\pm 5,2 \mu\text{H}/\text{H}$, incluyendo la incertidumbre del termómetro.

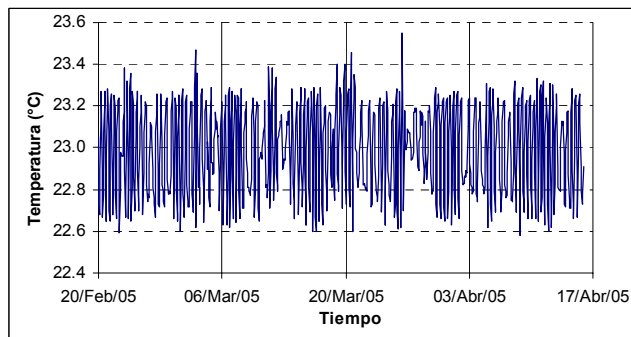
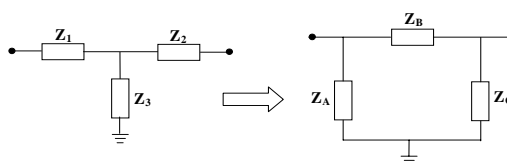


Fig. 5 Temperatura de los inductores L₁, L₂, L₃ y L₄.

Se evaluó el efecto de la capacitancia negativa generada en las terminales del balance de conductancia del puente con base en el modelo teórico de red "T" mostrado en la figura 6, cuya influencia se despreció por ser menor a $\pm 0,3 \mu\text{H}/\text{H}$.

La estabilidad del balance del puente se evaluó por periodos de 45 minutos. Tal como se aprecia en la figura 7, los cambios fueron menores a $\pm 1,5 \mu\text{V}$, lo cual repercute en $\pm 0,15 \mu\text{H}/\text{H}$ de la medición de inductancia, por lo cual este efecto se despreció.



$$Z_B = \frac{Z_1 Z_2 + Z_2 Z_3 + Z_1 Z_3}{Z_3}$$

Fig. 6 Modelo teórico de una red "T".

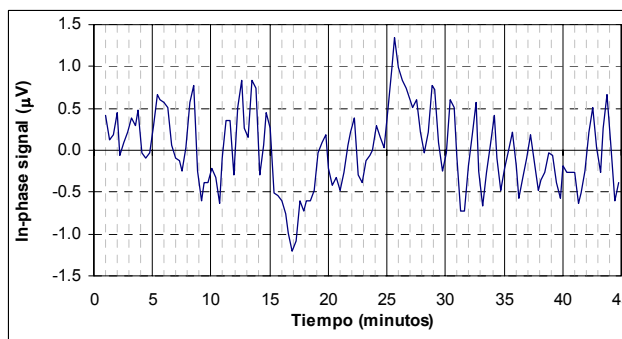


Fig. 7 Estabilidad del balance del puente Maxwell-Wien durante 45 minutos.

El cálculo de incertidumbre final para cada inductor medido es el siguiente:

Fuente de Incertidumbre	Contribución de Incertidumbre $u(y)$ ($\pm \mu\text{H}/\text{H}$)			
	L ₄₀₄₃₈₆₁	L ₄₀₄₃₈₆₀	L ₁₉₈₀₉	L ₁₉₃₀₆
Dispersión de las mediciones	1,1	0,9	1,5	1,9
Valor del Resistor R ₂	2,5	2,5	2,5	2,5
Estabilidad del valor del Resistor R ₂	2,9	2,9	2,9	2,9
Valor del Resistor R ₃	2,5	2,5	2,5	2,5
Estabilidad del valor del Resistor R ₃	2,9	2,9	2,9	2,9
<u>Valor del Capacitor C</u>	<u>6,5</u>	<u>6,5</u>	<u>6,5</u>	<u>6,5</u>
Estabilidad del valor del Capacitor C	2,9	2,9	2,9	2,9
Inductancia parásita del Resistor Auxiliar	2,0	2,0	2,0	2,0
<u>Temperatura del Inductor</u>	<u>5,2</u>	<u>5,2</u>	<u>5,2</u>	<u>5,2</u>
Incertidumbre Combinada	10,6	10,6	10,6	10,7
Grados Efectivos de Libertad	270	271	273	278
Factor de Cobertura	2,0	2,0	2,0	2,0
Incertidumbre Expandida	21	21	21	22

En todos los casos la incertidumbre expandida estimada es menor a $\pm 25 \mu\text{H}/\text{H}$, que es la mitad de la incertidumbre pretendida por el método ($\pm 50 \mu\text{H}/\text{H}$) para cualquiera de los cuatro inductores medidos.

CONCLUSIONES

Con base en los resultados de la evaluación y el alcance e incertidumbre perseguidos por el método indirecto, se declara que éste es VÁLIDO para realizar la calibración de inductores patrón con valor de 10 mH y factor de calidad menor a 10 , con una incertidumbre expandida de $\pm 50 \mu\text{H}/\text{H}$, a temperatura ambiente de $23 \text{ }^\circ\text{C}$ y frecuencia de medición de 1 kHz .