

PRESENTACIÓN DE LAS GUÍAS TÉCNICAS EN TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE DE 2004

M. en C. Erick René Alvarado U.

Servicios de Consultoría para Acreditación y Certificación ACCE

Av. Tecamachalco # 265 Col. Reforma Social C.P. 11650 México, D.F.

Tel: 55-5520-9232 Fax 55-5540-3206 Correo electrónico: gpoacce@prodigy.net.mx

Resumen:

El proceso de acreditación de laboratorios en México se ha caracterizado desde sus inicios, en contar con divergencias significativas para la aplicación de criterios entre evaluadores, especialmente en aspectos como la trazabilidad y la evaluación de incertidumbre en mediciones. Era necesario contar con una referencia para unificar criterios y transparentar el proceso de evaluación. El Centro Nacional de Metrología (CENAM) convocó a los comités de evaluación a participar en la elaboración de una serie de documentos en los cuales fueran establecidos por escrito, tales criterios. La conclusión de estos trabajos son las Guías Técnicas en Trazabilidad e Incertidumbre (GTTI) en su primera edición. La siguiente parte del proceso es revisarlas y enriquecerlas, para que su aplicación facilite el proceso de acreditación.

1. INTRODUCCIÓN

El día 12 de julio de 2004 aparecieron las (GTTI) para evaluación de laboratorios de ensayo y calibración. Estas guías llegan como un paliativo para el a veces extenuante proceso de evaluación. Las (GTTI) deben ser consideradas un gran logro para la comunidad de laboratorios de ensayo y calibración, porque son la primera unificación de criterios documentada. Si bien no resuelven totalmente la problemática actual, son una muestra de la buena voluntad y disposición de todos los involucrados en estos procesos, y eso sí es un gran avance. El objetivo de las guías es facilitar el proceso de acreditación, no entorpecerlo, por lo cual deben ser revisadas, explicadas y aprobadas para su aplicación.

2. DESARROLLO

Durante los más de 20 años en los cuales existen las acreditaciones de laboratorios en México, no se había encontrado un logro tan significativo como la creación de las (GTTI). Llegan como un elemento valioso para intentar resolver y simplificar el proceso de evaluación de laboratorios de ensayo y calibración, al establecer por escrito, consistencia entre los criterios aplicados por los evaluadores en aspectos técnicos, requisitos donde se encuentran las diferencias más relevantes. Específicamente, los elementos primordiales a considerar son la trazabilidad e incertidumbre de mediciones, aunque finalmente se establecen otros elementos como la competencia del personal o la confirmación metrológica. En todos los casos, las guías pretenden establecer criterios y lineamientos a seguir para darle a un grupo evalua-

dor los elementos para emitir un juicio objetivo y determinar si:

- ✓ el personal de un laboratorio está calificado y es competente para llevar a cabo mediciones relacionadas con las operaciones y el alcance del laboratorio;
- ✓ los equipos y el sistema de medición son técnicamente adecuados y consistentes para las operaciones y el alcance del laboratorio;
- ✓ las actividades planificadas como parte de un sistema de calidad, garantizan que la competencia técnica se conserva con el transcurso del tiempo.

Las (GTTI) fueron elaboradas por miembros de los comités de evaluación, y coordinados por personal del Centro Nacional de Metrología (CENAM). Las personas participantes son expertos y conocedores de las aplicaciones y necesidades de campos específicos.

En primer lugar, los laboratorios fueron clasificados en tres tipos diferentes:

- ✓ Laboratorios de calibración;
- ✓ Laboratorios de ensayos físicos o "no químicos";
- ✓ Laboratorios de ensayos "químicos" o mediciones analíticas.

Las diferencias entre laboratorios se deben a cuestiones más allá de la trazabilidad e incertidumbre: La naturaleza del mensurando, los principios de medición asociados, los acuerdos o convenios aceptados por consenso, son algunos aspectos que hacen grandes diferencias. Por ejemplo, para casi todos los laboratorios de calibración, el muestreo es una

operación la cual no se lleva a cabo. El instrumento a calibrar sólo requiere ser llevado al laboratorio o bien, permitirle al responsable de la calibración, el acceso a las instalaciones del interesado para las mediciones. En el caso de laboratorios de ensayo, generalmente el muestreo es una parte fundamental, la cual está normalizada, ya sea dentro del mismo método de ensayo, o con referencia a normas ó técnicas estadísticas de muestreo. Particularmente, en el caso de un laboratorio de ensayos físicos, la muestra es seleccionada de un lote o un todo, y preparada para ensayarse, pero finalmente el elemento recolectado es sólo la muestra, y no viene mezclada con otros elementos (a menos que esté contaminada).

Pero en el área de laboratorios químicos o analíticos, existe una gran diferencia: generalmente el analito o sustancia a evaluar viene en conjunto con otros elementos (por ejemplo, metales, cianuros, grasas en aguas residuales); por lo tanto, es necesario hacer un tratamiento para separar el analito de interés y hacer la cuantificación. Realizar el ensayo consiste entonces, en una serie de procesos como la recolección, manipulación, traslados, separación, análisis y desecho de la muestra. Esta serie de procesos afectan el resultado del ensayo. La complejidad en el proceso de medición es determinar "cuánto" lo afectan.

Ahora bien, es necesario resaltar que, a pesar de las grandes diferencias entre los métodos y principios usados por los laboratorios de ensayo y calibración, finalmente, todos usan la metrología de una o de otra forma, ya que para encontrar el valor de un mensurando, es necesario medir. Esto se menciona porque el término "metrología", todavía suena como un término ajeno a las operaciones de laboratorios de ensayo, y en muchos casos, se considera innecesario o difícil de entender. Todas las personas hacen uso de la metrología conciente o inconscientemente, de una u otra forma en su vida cotidiana. La metrología es la "Ciencia de la medición", y para determinar el valor de una magnitud, cualquier laboratorio, ya sea de ensayo o calibración "mide", es decir, "lleva a cabo un conjunto de operaciones que tienen por objetivo determinar el valor de una magnitud". Esto se hace definiendo al mensurando o "magnitud sujeta a medición". Debe recordarse que determinar el mensurando en una medición no siempre es tan obvio como se cree al leer su definición. Un ejemplo es la definición del mensurando en una carrera de velocidad de 100 metros planos en el atletismo.

Para unificar la estructura de las guías y evitar confusión, se utilizó una estructura común. La mayoría tienen el siguiente contenido:

- A) PRESENTACIÓN
- B) AUTORES O GRUPO DE TRABAJO QUE PARTICIPÓ EN LA ELABORACIÓN
- C) ÍNDICE
 - 1. PROPÓSITO DE LA GUÍA
 - 2. ALCANCE DE LA GUÍA
 - 3. MENSURANDO
 - 4. MÉTODO Y SISTEMA DE MEDICIÓN
 - 5. CONFIRMACIÓN METROLÓGICA Y CALIFICACIÓN DE EQUIPOS
 - 6. TRAZABILIDAD
 - 7. INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN
 - 8. VALIDACIÓN DE MÉTODOS
 - 9. BUENAS PRÁCTICAS DE MEDICIÓN
 - 10. REFERENCIAS
 - 11. BIBLIOGRAFÍA RECOMENDADA
 - 12. ANEXOS

Las guías de calibración se refieren a las siguientes magnitudes o tipos de calibración:

- ✓ Máquinas de ensayo (fuerza)
- ✓ Equipos multifunción (eléctrica)
- ✓ Balanzas (presión)
- ✓ Manómetros (presión)
- ✓ Columnas de líquido (presión)
- ✓ Pesas (masa)
- ✓ Opacidad (óptica)
- ✓ Torquímetros (par torsional)
- ✓ Durómetros (dureza)
- ✓ Termómetros de líquido en vidrio (temperatura)
- ✓ Medidores de frecuencia y cronómetros (Tiempo y frecuencia)
- ✓ Medidores de volumen por método gravimético (volumen)
- ✓ Higrómetros (humedad)

En el caso de ensayos físicos, las guías hacen referencia a los siguientes tipos de mediciones:

- ✓ Medición de capacitancia
- ✓ Uso de máquinas de ensayo para tensión y compresión
- ✓ Medición de temperatura en sólidos
- ✓ Medición de temperatura en líquidos
- ✓ Medición de temperatura en gases
- ✓ Medición de temperatura ambiental

En el caso de metrología química o mediciones analíticas, las técnicas consideradas son:

- ✓ Espectrofotometría de Ultravioleta visible (UV-VIS)
- ✓ Cromatografía de gases y cromatografía de líquidos de alta exactitud (CG y CLAR)
- ✓ Espectrofotometría de absorción atómica y de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (EAA – ICP)
- ✓ Conductividad
- ✓ Gravimetría
- ✓ Titulación
- ✓ Mediciones de pH

Evidentemente, estas guías no cubren la totalidad de los ensayos y calibraciones. Sin embargo, son un principio para el desarrollo de más documentos técnicos, y para más aplicaciones.

A continuación se hacen comentarios generales respecto al contenido, por cada capítulo de las guías.

B) Grupos de trabajo (autores)

Como se comentó, participaron personas reconocidas dentro de las áreas de medición respectivas, sobresaliendo el número de participantes en los laboratorios de química, comparado con los participantes en las guías de otras áreas. Esto es muy significativo, porque entre más opiniones, entre mayor sea el grupo que elabora estos lineamientos, hay mayor representatividad y legitimidad en los documentos.

1. Propósitos de las guías.

Hay una descripción completa del objetivo o propósito de cada una de las guías. Llamen la atención algunas guías en esta sección, donde mencionan textualmente: ***“El proceso de evaluación del laboratorio no es una asesoría y por lo tanto, el evaluado es responsable de demostrar que satisficé sistemáticamente los requisitos para ofrecer servicios de calibración técnicamente válidos y trazables”***. Esta declaración implica una problemática la cual puede verse desde dos puntos de vista comprensibles, y muy comunes: Desde el punto de vista evaluador, el trabajo es, determinar el nivel de conformidad del sistema de calidad del laboratorio con los requisitos normativos correspondientes; hay evaluados, los cuales, pretenden que se les indiquen las no conformidades al sistema para conocer sus carencias y se les explique ampliamente la forma para lograr conformidad, como quien sigue una receta y así, lograr fácilmente la acreditación, pasando el evaluador a ser un “asesor”. Por otro la-

do, desde el punto de vista del laboratorio evaluado, generalmente tienen inversiones respetables en infraestructura (instrumentos, instalaciones, capacitación); el personal se prepara, capacita y desarrolla un sistema de calidad esperando cumpla toda la normativa, y durante la evaluación, repentinamente, se le explica que los criterios aplicados no son suficientes para lograr conformidad, y es necesario hacer “otras cosas”. La primera y obvia cuestión a esta situación es: “¿qué es exactamente lo que debo hacer? ¿Cuánto más debo detallar y documentar? ¿A quién le debo preguntar?” Son preguntas lógicas ante una situación de confusión. Si una sola persona asegura que las actividades planificadas no son adecuadas, “¿qué debo hacer y en qué debo cambiar para que esa misma persona diga que mi trabajo es conforme?”.

Es necesario distinguir dos aspectos: uno es ayudar al evaluado con una explicación para facilitar la atención de las no conformidades, y la otra es resolverle el problema al evaluado, participando como asesor. Es necesario encontrar un punto medio, porque ambas posiciones son extremas. La ayuda y orientación es necesaria, y se complementa con explicaciones breves, referencias documentales, sitios web, e información disponible para atender las no conformidades.

Pero finalmente, si el evaluador insiste y no quiere explicar al evaluado, esto se entiende como una posición rígida, y puede o no haber justificación para ella. Pero en tal caso, el evaluador sí debe explicar al comité sus razones y los fundamentos en los cuales se basa para considerar la inconformidad. No es correcto ni congruente con la esencia de las guías ni con el proceso de evaluación, que una sola persona maneje a su criterio una interpretación, y no exista una explicación a nadie. Esto no es legítimo. En otras palabras: un experto no puede aplicar un examen a un aspirante y reprobalo sin que se conozcan las respuestas correctas a sus preguntas. Alguien más (una tercera) debe conocerlas, y ver que el criterio se aplica consistentemente, no sólo algunas veces, porque entonces, puede haber malas interpretaciones.

2. Alcances

En este aspecto, todas identifican claramente los alcances y tipos de mediciones, con sus limitantes y exclusiones. En el caso de ensayos químicos, se explican los fundamentos de la técnica utilizada.

Se especifican los alcances, indicando que en caso de hablar de alcances diferentes, se debe dar información adicional. Aquí es muy importante establecer que mientras no existan guías destinadas para la evaluación de una magnitud o un método de medición particular, no es prudente “extrapolar los requisitos” para mediciones similares. Por ejemplo, en el caso específico de mediciones de capacitancia, no sería correcto aplicar los mismos criterios de forma idéntica para todos los laboratorios de ensayo en el área eléctrica, y tampoco es prudente aplicar los requisitos de termómetros de líquido en vidrio para termopares, termómetros de resistencia y otros. Esto debe evitarse, porque entonces, debe establecerse cómo, cuando y cuáles son los criterios a extrapolar. Además, sería tomado como argumento para no continuar elaborando el resto de las guías.

3. *Mensurando*

En esta caso, se especifican los elementos para definir al mensurando. En algunos casos está dividida en:

- ✓ Definición del mensurando
- ✓ Intervalo de medición
- ✓ Incertidumbre de medición esperada

4. *Método y sistema de medición.*

Este requisito está dividido en:

- ✓ Método de medición
- ✓ Documentos de consulta
- ✓ Procedimiento de medición
- ✓ Equipo, instrumentos e instalaciones (esto se puso en el párrafo 5 de confirmación metrológica para laboratorios químicos)
- ✓ Competencia técnica del personal

Aquí es donde se desarrollan en extenso los elementos necesarios para la realización de las mediciones. Obviamente, es muy variado en contenidos, requisitos y propuestas. Pero llama la atención la cuestión de requisitos en cuestión de personal. Este elemento tiene diversos puntos de vista, los cuales tienen dos vertientes generales: En algunos casos se manejan las figuras de técnico, signatario y responsable técnico en jerarquía ascendente. Se establece, por ejemplo, como requisito para ser responsable técnico, el cumplir con todos los requisitos de los signatarios, y para ser signatarios todos los del técnico; en algunos casos se establece como requisito para responsable técnico, contar con estudios de nivel superior, y eso no es necesariamente

cierto, porque la experiencia demuestra que hay otras variables las cuales determinan si una persona es competente y puede llevar a cabo estas actividades. Otros casos establecen requisitos específicos para el personal (nivel académico, experiencia comprobable, e inclusive algunas guías piden al menos haber realizado un número específico de mediciones). Esto significa que si el día de hoy algún signatario en un laboratorio acreditado a la fecha, no tiene el grado académico solicitado, deberá terminar sus estudios y recibir de su escuela el documento para acreditar su escolaridad, a pesar de ser signatario, ser reconocido en el medio y haberlo demostrado quizás, más de una ocasión.

El otro extremo son guías donde simplemente se mencionan que el evaluador debe solicitar los registros para demostrar la competencia técnica de personal involucrado (con la calidad de las mediciones), los criterios de aceptación y rechazo y las evidencias de los resultados obtenidos de este personal, basados en las especificaciones del método. También indican que, en casos donde el método no cuenta con dichas especificaciones, los criterios de aceptación y rechazo deberán estar sustentados en una fuente bibliográfica reconocida. Este texto es demasiado genérico y va en contra de la esencia de las guías: facilitar y transparentar el proceso de evaluación, porque finalmente, bajo esta condición, todo queda nuevamente “a criterio del evaluador”.

El hecho de solicitar requisitos particulares, fácilmente demostrables, como formación académica, y aspectos que pueden ser respaldados por documentos, facilita el proceso, porque deja fuera cuestiones subjetivas, las cuales dependen sólo del criterio (como una calificación). Es necesario basar el proceso de evaluación de competencia en elementos fácilmente demostrables y transparentes, para que, en caso de una diferencia, existan argumentos para que un tercero resuelva.

5. *Confirmación metrológica y calificación de equipos*

La confirmación metrológica está clara para laboratorios de calibración y de ensayos físicos. Para químicos hay más complejidad, porque además de este concepto, se aplican conceptos como “características metrológicas de equipo de medición (CMEM)”, “requisitos metrológicos del cliente (RMC)” y “calificación de equipos e instrumentos de medición analítica (CEIMA)”, los cuales requieren de un análisis especial, porque son aspectos poco usados por la

industria nacional. En las guías se presentan algunos ejemplos de la aplicación de estos conceptos.

6. Trazabilidad

Esta es la esencia de cada una de las guías, y es donde se establecen los requisitos particulares. En general, se requiere la trazabilidad al CENAM o a materiales de referencia certificados. En los casos de ausencia de tales patrones, se debe hacer es el trámite de autorización de trazabilidad hacia patrones extranjeros en la Dirección General de Normas (D.G.N.). Por ejemplo, en algunas calibraciones sólo se requiere demostrar la trazabilidad con los informes de calibración, cartas de control y estimación de incertidumbre. En otras de calibración, se especifica que si no hay antecedentes históricos, las calibraciones deben ser por lo menos de forma anual. También dan ejemplos e información para las cartas de trazabilidad. En las guías de química, los anexos contienen ejemplos y sugerencias para facilitar la explicación.

7. Incertidumbre

La parte de incertidumbre específica en cada caso particular, establece cuáles son las fuentes de incertidumbre a considerar, así como las variables de influencia a considerar en cada caso, así como algunos modelos matemáticos que van desde la determinación de errores, hasta ecuaciones con más de cinco magnitudes de entrada. También se definen, interpretaciones, condiciones para su aplicación y requisitos específicos para cada medición particular. Lo más útil es que se consideran las fuentes de incertidumbre, las cuales actualmente se consideran significativas y afectan la calidad de las mediciones.

También se menciona en algunos casos que si la relación de incertidumbres de la calibración es menor o igual a 10, se deben calcular los grados efectivos de libertad para determinar el factor de cobertura con la ecuación de Welch-Satterthwaite. En caso contrario, usar simplemente $k=2$.

8. Validación de métodos

Antes que nada, es necesario invitar a los laboratorios para hacer una reflexión trascendente respecto a la validación: a menos que se desarrollen métodos nuevos, o se apliquen principios de medición diferentes, los métodos que requieren validación son fundamentalmente los analíticos, por la complejidad de su naturaleza (como se comentó al principio).

Según las guías de química, los parámetros necesarios para validar un método son:

1. Recuperación
2. Sensibilidad
3. Selectividad
4. Robustez
5. Límite de detección
6. Límite de cuantificación
7. Intervalo lineal y de trabajo
8. Reproducibilidad
9. Repetibilidad
10. Sesgo
11. Incertidumbre

Según las guías de química, dependiendo del tipo de aplicación del método, se deben aplicar estos parámetros de manera parcial (algunos de ellos) o total (todos). En el caso de las (GTTI) de laboratorios químicos hay un problema grave, y es necesario mencionarlo: en todas estas guías se tiene una tabla en la sección de validación donde se indican las situaciones y el grado de validación o revalidación requerida para cada caso. Pero en esta tabla no se establece claramente cómo aplicar la validación a métodos normalizados. Posteriormente, se indica de manera textual: **“El evaluador debe solicitar al laboratorio la validación de todos los métodos (ya sea parcial ó completa), que son empleados en estas técnicas de medición, aún cuando estos sean normalizados.”** Al no ser claro, se presta a confusión, volviéndose discutible y debatible. Entonces, nos encontramos un elemento donde las guías no transparentan el proceso de evaluación; lo vuelven complejo de entender y por ende, de evaluar.

Para los laboratorios de ensayos físicos, sólo se menciona que, en caso de hacer mediciones desviándose a los requisitos de las guías, se debe identificar las desviaciones y validar “aspectos” que influyan sobre trazabilidad e incertidumbre. En otros casos, definitivamente se indica que no aplican las validaciones.

Para laboratorios de calibración, hay algunas guías donde definitivamente este parámetro no se considera. Hay otras donde se establece que el laboratorio debe “declarar” cuáles métodos debe validar. Otras hacen algunas “sugerencias” para lograr la validación, como puede ser en comparaciones ínter laboratorio, o evaluando la incertidumbre del laboratorio. Finalmente, hay guías que establecen como requisito validar, pero no dicen cómo. Simplemente indican que deben basarse en lo indicado por la norma NMX-EC-17025. La pregunta es: ¿Se requiere

re validar un método de medición de comparación directa, un método de calibración por comparación directa? ¿Cuánto es necesario para “validar”?

3. CONCLUSIONES

1.- La exitosa conclusión de las guías es publicarlas y darles legitimidad a través de consenso, es decir: que los laboratorios actualmente acreditados las aprueben y acepten como documentos de referencia. Los comités deberían coordinar una reunión con las personas responsables de la elaboración de las guías para explicar a los laboratorios acreditados y al público en general, las razones para establecer los requisitos (sin derecho a réplica). Posteriormente, recibir todas las opiniones y sugerencias por correo electrónico, revisar las guías para enriquecerlas y mejorarlas. Finalmente, que los responsables de laboratorios voten para acordar la fecha de inicio de aplicación.

2.- Si estas guías van a traer confusión, no son claras en su contenido y causan más problemas que soluciones, es necesario ampliar la fecha en que comenzarán a ser aplicadas, y revisarlas.

3.- No se deben extrapolar criterios de una guía para toda un área; no necesariamente es correcto.

4.- Los comités de evaluación deben actuar como tercera parte, ante diferencias entre evaluadores y evaluados. Es necesario permitir a los interesados manifestar su opinión personalmente frente al comité y darle la oportunidad de expresarse, ya que las inversiones para iniciar o conservar un laboratorio son elevadas, y se gastan grandes cantidades de dinero en estas actividades. Si los evaluadores no van a tener la disposición para explicar por qué es inconforme un requisito, pues entonces, el proceso de evaluación seguirá igual. No es correcto rechazar una acreditación, sólo porque el comité no investiga y revisa las evidencias y argumentos. Debe haber mayor comunicación entre el comité y los evaluados. Una situación en la cual no hay argumentos claros, puede dar la impresión de conflicto de intereses.

5.- Es necesario revisar las guías, y especialmente los aspectos de validación, para no caer en excesos y deslindar bien cómo se aplicarán los criterios.

6.- Es mejor para simplificar, establecer requisitos que sean fácilmente demostrables, y no requisitos donde todo queda “a criterio” de los evaluadores. Es cierto que no todo se puede demostrar fácilmente,

pero seguramente hay algunas cuestiones que sí se pueden. Pues esos pocos que se documenten.

7.- Es necesario comenzar los trabajos para las (GTTI) para otras áreas importantes, como dimensional en calibración.

Una reflexión final: la anterior norma NMX-CH-140-1996 para la evaluación de incertidumbre fue un documento el cual fue demasiado complejo para ayudar a los interesados para evaluar incertidumbre. La razón principal: no facilitaba ni explicaba con simplicidad los fundamentos. Se elaboró como un documento complejo y demasiado abstracto. Sólo personas familiarizadas con conocimientos avanzados en estadística y matemáticas, podían comprenderla. La muestra a lo anterior es que la nueva norma CH-140 de 2002 es una traducción de la guía ISO, con su mismo formato, estructura e inclusive, ejemplos. Más simple.

Es mejor comenzar de lo simple a lo complejo, no al revés.

REFERENCIAS:

- [1] KING, B. “Metrology and analytical chemistry : Bridging the cultural gap”. Revista “Metrología” DEL Bureau Internationale des Poids et Mesures”. Volumen 34 año 1997.
- [2] CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA, “Guía sobre la calificación de equipos de instrumentos analíticos”. Publicación técnica. Abril de 2004.