

RESULTADOS DE LA PRIMERA COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS PARA LA CALIBRACIÓN DE UNA PIPETA DE PISTÓN DE 100 µL ORGANIZADA POR EL INM COLOMBIA

Liz Giraldo¹, Stivinson Cordoba², Javier Ospino³
 INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGÍA DE COLOMBIA
 Avenida carrera 50 No 26 55 Interior 2. CAN; Bogotá D.C., Colombia Tel (57)(1) 2542222
¹lygiraldo@inm.gov.co, ²scordoba@inm.gov.co, ³jospino@inm.gov.co

Resumen: El Instituto Nacional de Metrología – INM, organizó una comparación inter laboratorios en medición de volumen con pipetas de pistón de 100 µL, con el objetivo de atender las necesidades de los laboratorios de calibración acreditados de metrología que prestan el servicio de calibración en esta magnitud. En este trabajo se presentan las particularidades del proceso, los resultados y un breve análisis de la situación actual de la medición de micro volúmenes en Colombia, tomando como referencia la muestra de laboratorios que participaron.

1. INTRODUCCIÓN

La participación en programas de comparación inter laboratorios posibilita la verificación de las competencias de un laboratorio de calibración. A partir de las condiciones establecidas en [2] se efectuó el ejercicio de rotación y medición del instrumento, la evaluación de los resultados así como el análisis de coherencia de los resultados y el informe final estuvo a cargo del laboratorio de Volumen y la subdirección de Innovación y servicios tecnológicos del Instituto Nacional de Metrología de Colombia. A continuación se presentan las particularidades del proceso, los resultados y un breve análisis de la situación actual de la medición de micro volúmenes en Colombia.

1.1. Descripción del ítem

Descripción: Pipeta de Pistón con cabina de aire y volumen fijo. Modelo: Fisher FP II Fixed 100 µL
 Fabricante: Thermo Fisher Scientific, México, Tijuana, B.C.

2. METODOLOGÍA

Para evaluar el desempeño de los laboratorios se usó como indicador de desempeño al error normalizado “ E_n ”. El cálculo de este indicador se realiza como se muestra en la ecuación:

$$E_n = \frac{x-X}{\sqrt{U_{Lab}^2 + U_{Ref}^2}} \quad (1)$$

Donde:

E_n = Error normalizado; x = Volumen a 20 °C del laboratorio participante; X = Valor asignado (Volumen a 20 °C del laboratorio de referencia); U_{Lab} =

Incertidumbre asociada a x ; U_{Ref}^2 = Incertidumbre del valor asignado

Según los valores de E_n , los resultados se clasifican en **Satisfactorios:** $|E_n| \leq 1$
No satisfactorios: $|E_n| > 1$
 Cuanto menor sea $|E_n|$, mejor será el desempeño del laboratorio.

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

El Laboratorio de Volumen del INM realizó tres calibraciones al IOC (Ítem objeto de comparación), durante el desarrollo de la comparación, para determinar el valor de referencia. Los resultados de desempeño de acuerdo a lo descrito anteriormente se presentan en la Figura 1.

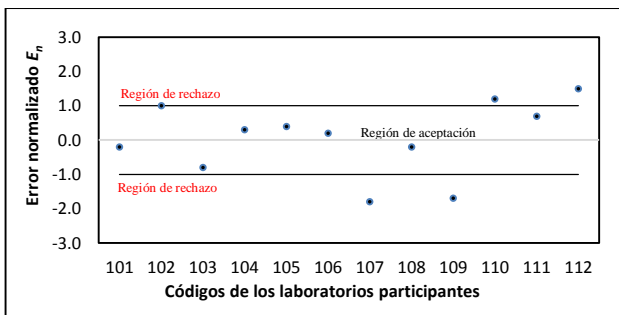


Fig. 1. Evaluación de desempeño de los laboratorios participantes (E_n).

Sólo cuatro de los laboratorios quedaron por fuera del límite establecido bajo el criterio del error normalizado. En el análisis se evidenció que el 80% de los laboratorios emplearon el modelo matemático de manera adecuada y trabajaron bajo las especificaciones de la normatividad [3]. Sin embargo es indispensable indicar que la incertidumbre de referencia es notablemente

superior en comparación con la de los laboratorios participantes debido a las variables condiciones en que se realizó el ejercicio. Las consideraciones que el laboratorio de referencia tuvo en cuenta, además de las provenientes del modelo matemático empleado están basadas en análisis experimental a las condiciones de medición en cada una de las ciudades participantes y en [1]:

3.1 Contribución por errores de manipulación:

Se estimó en total una contribución de (0.7 µL) distribuida así:

a) Contribución por Puntas Usadas (0.4 µL):

Se estimó la variación de las mediciones con respecto al uso de *puntas usadas durante todo el ejercicio*, lo cual conlleva a problemas de succión y fuerza de dispensación del líquido.

b) Ángulo de inclinación (0.053 µL):

La contribución a los errores con una inclinación máxima de 60° arrojó un incremento en la incertidumbre del 7%

c) Periodo de Espera (0.035 µL):

Un menor volumen dispensado por tiempo de espera, se estimó como un 5% de la contribución total por manipulación. [1] y [3]

d) Ritmo parejo de pipeteo (0.015 µL):

Se fijó un porcentaje para esta contribución de 2% aproximadamente

e) Fuerza de operación (0.21 µL):

El pipeteo depende casi completamente del operador, por esto se estimó una contribución de 30% aproximadamente

f) Transferencias de calor/cabina (0.04 µL)

La mano del operador sobre el instrumento aumenta la temperatura, esto representa disminución en el volumen, se consideró un 6% aproximadamente de contribución.

3.2 Equilibrio entre la temperatura de la cabina de aire, el medio ambiente y el agua

La diferencia entre la temperatura del aire y del agua en el caso de mediciones comparativas y ensayos inter laboratorios debería ser de máximo 0,2 K [1] [3]. Se asignó a esta esta contribución un valor de **0.1 µL** de acuerdo a la recomendación internacional [1].

3.3 Contribución por diferencias de Humedad Relativa en el proceso

Esta contribución fue considerada por los lugares con mayor humedad relativa, se fijó una contribución a la incertidumbre global de 10%

3.4 Contribución por diferencias de Presión Barométrica en el proceso

A mayor altitud, menor es la presión atmosférica por lo que la densidad del aire se reduce, esto se

ve reflejado en una disminución directa del volumen de líquido succionado. Se estimó una contribución a la incertidumbre global debida a los cambios evidentes de presión durante el ejercicio de 20 hPa.

Como resultado de todo el ejercicio de análisis de coherencia se evidenciaron amplias diferencias en cuanto a la estimación de incertidumbre del laboratorio de referencia y los laboratorios participantes como se presenta en la Figura 2.

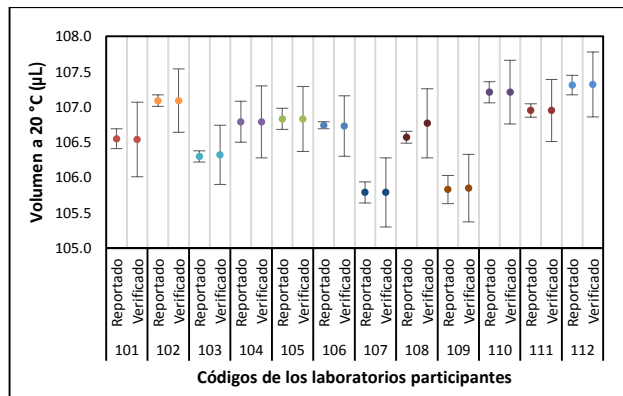


Fig. 2. Comparación de Resultados verificados y reportados.

Nota 1: Los resultados verificados corresponden a los calculados por el laboratorio de referencia con los datos enviados por los laboratorios participantes.

Nota 2: Los resultados reportados corresponden a los valores reportados por los laboratorios participantes.

4. CONCLUSIONES

Dada la importancia que tiene el proceso operativo dentro de la medición de las pipetas de pistón, las principales diferencias se deben a posibles errores en el proceso de pipeteo y a inconsistencias generadas por las puntas empleadas para la medición en el ejercicio de comparación.

Se evidencio subestimación de la incertidumbre de medición, por la no consideración de todas las contribuciones propias del modelo los posibles errores debidos al operador.

REFERENCIAS

[1] **Guía D.K.D-R-8-1 2011.** Physikalisch-Technische Bundesanstalt. Calibración de pipetas de pistón con cámara de aire. Ed.12/2011.

[2] ISO 8655-6, Piston-operated volumetric apparatus -- Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error, the International Organization for Standardization, 2002.