

RESULTADOS DEL ENSAYO DE APTITUD EMA-CENAM EN LA CALIBRACIÓN DE PIPETAS DE PISTÓN DE 100 μL Y 10 μL

Sonia Trujillo Juárez, José Manuel Maldonado Razo
CENAM, km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Qro; México
Teléfono +52 442 211 0500, sonia.trujill@cenam.mx

Resumen: Se presentan los resultados del ensayo de aptitud EMA-CENAM-V-01-2013 para la calibración de pipetas de pistón por el método gravimétrico, en donde 20 laboratorios secundarios acreditados o en proceso de acreditación participan para la evaluación de su competencia técnica realizando la calibración de pipetas de pistón de volumen fijo de 100 μL y pipetas de pistón de volumen variable en los volúmenes de 1 μL y 10 μL .

1. INTRODUCCIÓN

Derivado de la necesidad que tienen los laboratorios de calibración de volumen en México para cumplir con los requisitos técnicos de la norma ISO 17025 [1] relativos al aseguramiento de la calidad de las mediciones, se realiza un ensayo de aptitud para evaluar la competencia técnica de los laboratorios acreditados por la entidad mexicana de acreditación ema, o que se encuentran en vías de acreditación en la magnitud de volumen para la calibración de pipetas de pistón.

El Centro Nacional de Metrología CENAM, participa en éste ensayo de aptitud como laboratorio primario para establecer los valores de referencia y coordinar el desarrollo del ensayo.

2. DETALLES EXPERIMENTALES

Este ensayo de aptitud se diseña para cubrir dos intervalos de calibración para pipetas de pistón:

- Laboratorios con capacidad para llevar a cabo calibraciones de pipetas de pistón de 100 μL por el método gravimétrico.
- Laboratorios con capacidad para llevar a cabo calibraciones de pipetas de pistón de 1 μL y/o 10 μL por el método gravimétrico.

Para el desarrollo del ensayo de aptitud se usaron 2 juegos de pipetas de pistón: 3 pipetas de pistón de volumen fijo de 100 μL y 3 pipetas de pistón de volumen variable de 10 μL que se se calibraron en los volúmenes de 1 μL y 10 μL .

Los laboratorios reportaron los resultados de 2 calibraciones efectuadas para cada pipeta de pistón en función de los alcances de sus capacidades de medición.

Todos los laboratorios inscritos en el ensayo de aptitud (20 laboratorios) participaron en la calibración de pipetas de pistón en el volumen de 100 μL . Solamente 9 Laboratorios participaron en la

calibración de pipetas de pistón en el volumen de 10 μL y 1 μL .

De acuerdo al protocolo, CENAM realizó mediciones en tres ocasiones: al inicio del ensayo de aptitud, en medio y al finalizar las mediciones de los laboratorios. El valor de referencia se determinó como el promedio de las mediciones realizadas por el CENAM.

Los resultados de este ensayo de aptitud se evalúan haciendo uso del error normalizado, que se basa en técnicas estadísticas que comparan la diferencia del laboratorio respecto del valor de referencia y de las incertidumbres declaradas por el laboratorio y la incertidumbre del valor de referencia, de acuerdo a la ecuación (1).

$$En = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 - U_{ref}^2}} \quad (1)$$

Donde:

En es el error normalizado

X_{lab} valor reportado por el laboratorio

X_{ref} valor de referencia

U_{lab} incertidumbre expandida declarada por el laboratorio con un factor de cobertura $k=2$

U_{ref} incertidumbre expandida del valor de referencia con un factor de cobertura $k=2$

Ambas incertidumbres declaradas a un nivel de confianza de aproximadamente 95 %.

2.1 Criterios de aceptación

En el protocolo se establece que un valor absoluto de $En \leq 1$, se cataloga como confiable. Un valor absoluto de $En > 1$, requiere de una investigación para determinar las causas de las diferencias, la gravedad de la mismas y las acciones correctivas a ejecutar.

Para los laboratorios que reportaran valores de incertidumbre menores a la incertidumbre de referencia U_{ref} , además del En , se evaluaría la probabilidad P de que el valor de referencia se

encontrara contenido dentro del intervalo de probabilidad del resultado del laboratorio, utilizando para ello la siguiente ecuación de acuerdo a [1]:

$$P = \Phi\left(\frac{b-X_{ref}}{u(X_{ref})}\right) - \Phi\left(\frac{a-X_{ref}}{u(X_{ref})}\right) \quad (2)$$

Dónde:

P es el valor de probabilidad

$\Phi(X)$ es la función estándar de distribución acumulada para la distribución de probabilidad normal

Los límites para el intervalo de probabilidad del valor declarado por el laboratorio son:

$$a = X_{lab} + U(X_{lab}) \text{ y } b = X_{lab} - U(X_{lab})$$

El criterio de aceptación para este caso fue un valor de probabilidad $P \geq 95\%$.

3. RESULTADOS

El resultado de las calibraciones realizadas por los laboratorios a la pipeta de pistón G32796C 100 µL y su valor de referencia se muestra gráficamente en la figura 1.

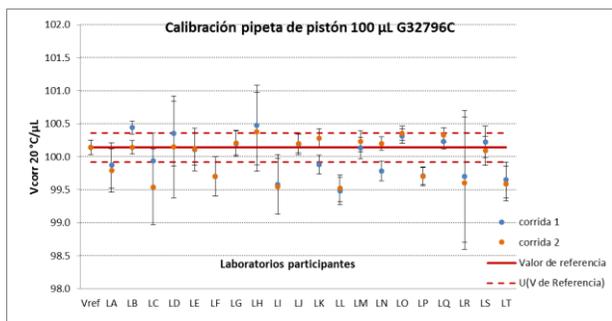


Fig. 1. Resultados de las dos series de mediciones realizadas por los laboratorios a la pipeta de pistón G32796C de 100 µL.

El resultado de las calibraciones realizadas por los laboratorios a la pipeta de pistón G1257473T de 10 µL y su valor de referencia se muestra gráficamente en la figura 2.

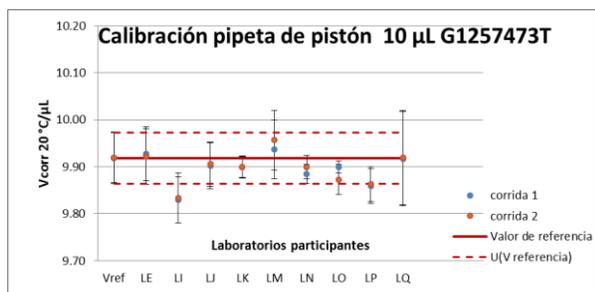


Fig. 2. Resultados de la calibración pipeta de pistón G1257473T para el volumen de 10 µL.

4. DISCUSIÓN

Los valores de volumen que reportaron los laboratorios fueron corregidos para una presión atmosférica de 1013.25 hPa, como quedó establecido en el protocolo técnico, de acuerdo a la Guía DKD-R 8-1[3]. Los resultados corregidos se compararon con el valor de referencia obtenido por CENAM.

Las incertidumbres de los valores de referencia para este ensayo de aptitud se calcularon estadísticamente usando la desviación típica experimental de la media del total de mediciones efectuadas por CENAM para cada pipeta de pistón.

Para mantener la confidencialidad respecto a la identificación de los laboratorios participantes en éste ensayo de aptitud se asignó una clave a cada laboratorio, misma que se dio a conocer particularmente a cada uno de ellos.

5. CONCLUSIONES

En éste ensayo de aptitud participan 15 laboratorios acreditados y 5 laboratorios que se encuentran en proceso de acreditación, realizando las siguientes mediciones:

20 laboratorios realizaron mediciones para la calibración de 3 pipetas de pistón en el volumen de 100 µL. Cada laboratorio realizó 2 eventos de calibración para cada pipeta de pistón, evaluándose en total 120 calibraciones en el volumen de 100 µL. 13 de 20 laboratorios (60 %) mostraron desempeño satisfactorio.

9 laboratorios participaron en la calibración de pipetas de pistón de 10 µL, calibrando los volúmenes de 1 µL y 10 µL. 6 de 9 laboratorios (66.6 %) mostraron desempeño satisfactorio.

REFERENCIAS

- [1] Luis O Becerra, Luis M Peña. Evaluación del desempeño en los ensayos de aptitud de los laboratorios de calibración y el impacto en sus CMCs. CENAM. Simposio Internacional de Metrología 2012.
- [2] ISO 17025/IEC: 2005; General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
- [3] DKD-R 8-1:2011; Calibration of piston-operated pipettes with air cushion.