

PERIODOS DE COMPROBACIONES INTERMEDIAS PARA ASEGURAR LAS CALIBRACIONES DEL CNRIBA

Autores: Paola Sánchez Cueto¹, Leticia Hernández Díaz¹, Sofía Heredia Cuevas¹ Centro Nacional de Referencia de Inocuidad y Bioseguridad Agroalimentaria.

INTRODUCCIÓN

El Centro Nacional de Referencia de Inocuidad y Bioseguridad Agroalimentaria (CNRIBA) oferta los servicios analíticos en: determinación de contaminantes químicos y biológicos, de modificación genética y secuenciación de ADN en productos y materiales de interés agroalimentario. El Centro, cuenta con el área de metrología, la cual se encarga de asegurar la calidad de las mediciones, por medio de calibraciones de los equipos e instrumentos, así como comprobaciones intermedias que forman parte de los elementos de trazabilidad metrológica para los análisis que realiza el CNRIBA ofreciendo resultados confiables.

Dichas comprobaciones intermedias se realizan cada seis meses a partir del año cumplido de calibración del instrumento, lo cual fue establecido conforme al histórico de las cartas control de cada instrumento; esto para cubrir el requisito 6.4.10 "Cuando sean necesarias comprobaciones intermedias para mantener confianza en el desempeño del equipo, estas comprobaciones se deben llevar a cabo de acuerdo con un procedimiento", de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2018.

OBJETIVO

Realizar comprobaciones intermedias de las micropipetas, semestralmente a partir del vencimiento de su calibración para asegurar la confiabilidad de los resultados en los métodos analíticos del CNRIBA.

METODOLOGÍA

Los instrumentos utilizados para realizar las comprobaciones intermedias, deben estar calibrados por un laboratorio acreditado en la NMX-EC-17025-IMNC-2018 en la magnitud y alcance correspondiente.

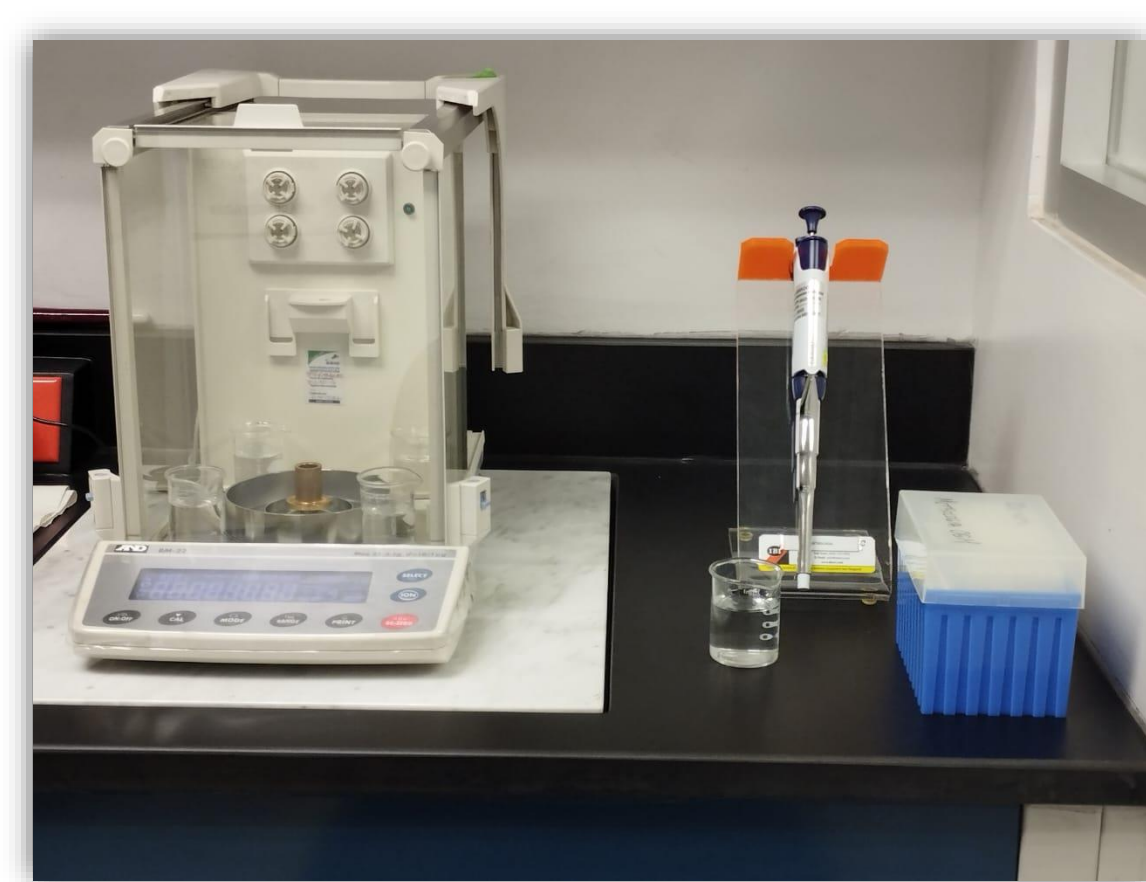
Requerimientos Necesarios

- Microbalanza y/o balanza analítica, ésta debe cumplir con la resolución de acuerdo al volumen del instrumento, tal como se muestra en la Tabla 1.

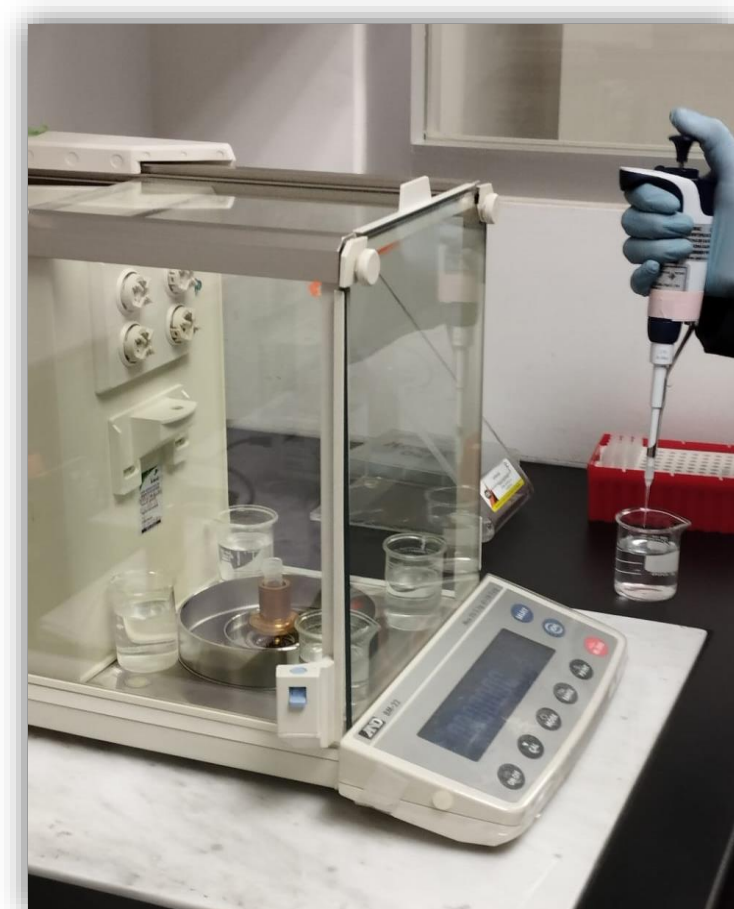
Volumen del Instrumento	Resolución de la Balanza (mg)
1 µL ≤ V ≤ 10 µL	0,001
10 µL < V ≤ 100 µL	0,01
100 µL < V ≤ 1 000 µL	0,1
1 mL < V ≤ 10 mL	0,1
10 mL < V ≤ 1 000 mL	1
1 000 mL < V ≤ 2 500 mL	10
V ≤ 2 500 mL	100

Tabla 1. Requisitos mínimos para balanzas usadas en la calibración de aparatos volumétricos de pistón conforme a la NMX-CH-4787-IMNC-2010

- Dejar todos los requerimientos necesarios 2 h antes de la verificación, con la finalidad de alcanzar un equilibrio térmico en el laboratorio donde se realiza la verificación.



- Los instrumentos de medición se verifican en el 10, 50 y 100% del volumen nominal, realizando 10 repeticiones en cada ciclo para las micropipetas monocanal y 5 repeticiones para las micropipetas multicanales.
- Al iniciar la comprobación se registran las condiciones ambientales
- Colocar el micrómetro en el 10% del volumen nominal, tomar la punta adecuada y pre-humedecer (absorber y dispensar de 3 a 5 veces dentro del mismo recipiente).



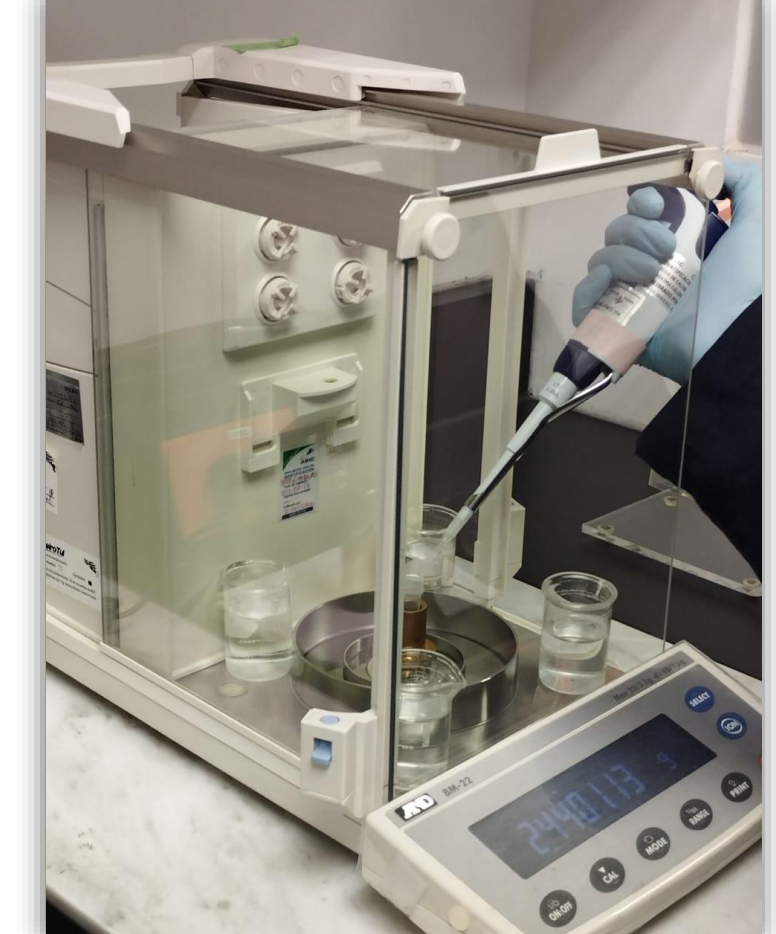
- Oprimir el pulsador de la micropipeta con el dedo pulgar, hasta el primer tope y sin soltarlo introducir verticalmente la micropipeta hasta que la punta alcance la profundidad adecuada de acuerdo a la tabla 2.

Volumen de la micropipeta	Profundidad de inmersión (mm)
0.1 - 10 µL	1 - 2
10 - 200 µL	2 - 3
200 - 2000 µL	3 - 6
> 2000 µL	6 - 10

Tabla 2. Profundidad de inmersión de la punta de acuerdo al volumen nominal de la micropipeta.

- Liberar lentamente la presión sobre el pulsador de la micropipeta, después de 2 a 3 segundos retirar la micropipeta del líquido tocando la pared del recipiente con la punta, con la finalidad de escurrir el exceso de agua.

- Para dispensar el líquido, abrir las puertas de la balanza (si es necesario) y apoyar la punta contra la pared del recipiente contenedor formando un ángulo de 30 a 45°, presionar lentamente el pulsador de la micropipeta hasta el segundo tope.
- Esperar a que establezca la balanza y registrar los datos obtenidos.



- Realizar los pasos, nueve veces más para completar el 10% de la prueba.
- Repetir los pasos en el 50 y 100% del volumen nominal.
- Al concluir el ciclo de pipeteo registrar las condiciones ambientales.
- Determinar los Errores Máximos Tolerados (EMT) con base al tipo de funcionamiento del instrumento de medición Tabla 3.

Volumen nominal µl	Error sistemático máximo admisible		Error aleatorio máximo permitido	
	± %	±µl a	± % b	±µl c
1	5,0	0,05	5,0	0,05
2	4,0	0,08	2,0	0,04
5	2,5	0,125	1,5	0,075
10	1,2	0,12	0,8	0,08
20	1,0	0,2	0,5	0,1
50	1,0	0,5	0,4	0,2
100	0,8	0,8	0,3 ^d	0,3 ^d
200	0,8	1,6	0,3 ^d	0,6 ^d
500	0,8	4,0	0,3	1,5
1 000	0,8	8,0	0,3	3,0
2 000	0,8	16	0,3	6,0
5 000	0,8	40	0,3	15,0
10 000	0,6	60	0,3	30,0

^a Expresada como la desviación de la media de una medición diez veces mayor con respecto al volumen nominal o seleccionado (véase ISO 8655-6:2002, 8.4).
^b Expresado como el coeficiente de variación de una medida diez veces mayor (véase ISO 8655-6:2002, 8.5).
^c Expresado como la desviación típica de la repetibilidad de una medición diez veces mayor (véase ISO 8655-6:2002, 8.5).
^d En el caso de las pipetas de pistón del tipo D1, los errores máximos admisibles podrán ser del ±0,4%

Tabla 3. Errores máximos permisibles.

- Los formatos que se utilizan en el CNRIBA son hojas de cálculo diseñadas para determinar si el instrumento de medición se encuentra Dentro o Fuera de Especificación con base a los criterios de la ISO 8655-2.
- Si el Instrumento de medición no cumple con los criterios establecidos colocar la etiqueta "Identificación Fuera de Uso".

RESULTADOS

Los formatos que se utilizan en el CNRIBA son hojas de cálculo diseñadas para determinar si el instrumento de medición se encuentra Dentro o Fuera de Especificación con base a los criterios de la ISO 8655-2 Fig. 1, en donde nos indican la media, precisión y exactitud del instrumento considerando sus errores máximos permisibles; para determinar el periodo de envío de calibración de instrumento se contempla la carta control Fig. 2, donde se observa que queda dentro del EMT, por lo que el periodo máximo para realizar servicio de calibración es de 36 meses según lo establecido en el Centro con respecto al histórico de las cartas control de cada instrumento; en caso de que el Instrumento de medición no cumpla con los criterios establecidos se coloca la etiqueta "Identificación Fuera de Uso" retirando de las áreas de análisis Fig. 1.

Fig. 1. Formato de verificación intermedia de micropipetas monocanal

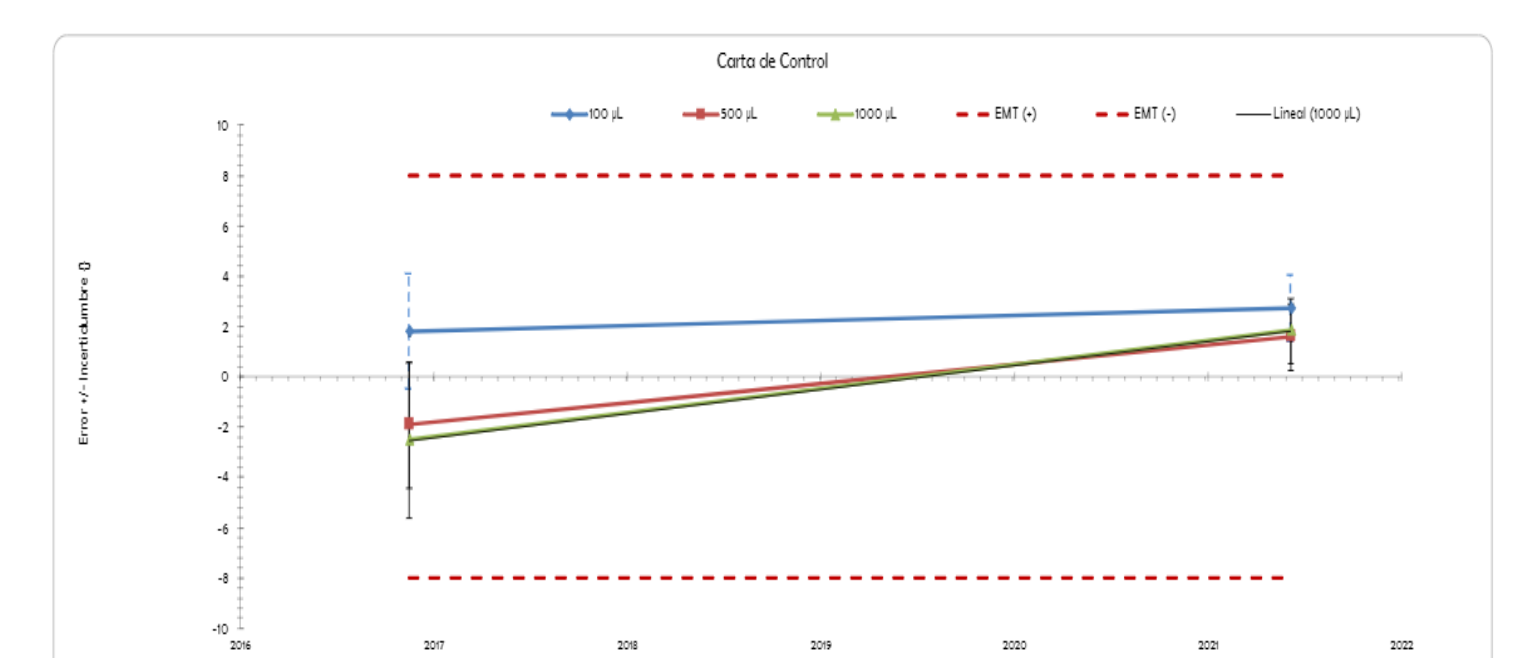


Fig. 2. Carta Control

BIBLIOGRAFÍA

1. NMX-EC-17025-IMNC-2018 "Requisitos generales para la competencia técnica de los laboratorios de ensayo y calibración"
2. Guidelines for the determination of calibration intervals of measuring instruments. ILAC, International Laboratory Accreditation Cooperation. OIML, International Organization of Legal Metrology. ILAC-G24 and OIML D 10. (2007)
3. Manual de procedimientos criterios de aplicación de la norma ISO/IEC 17025 (vigente) entidad mexicana de acreditación, a. c
4. Criterios para determinar los periodos de calibración y verificaciones intermedias. Miguel Ángel Vargas Navarro