



# ***ENSAYO DE APTITUD REALIZADO EN LATU PARA VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE CALIBRACIÓN Y USO DE PIPETAS DE VIDRIO Y PIPETAS AUTOMÁTICAS.***

Claudia Santo, Pablo Constantino, Andrea Sica  
LATU



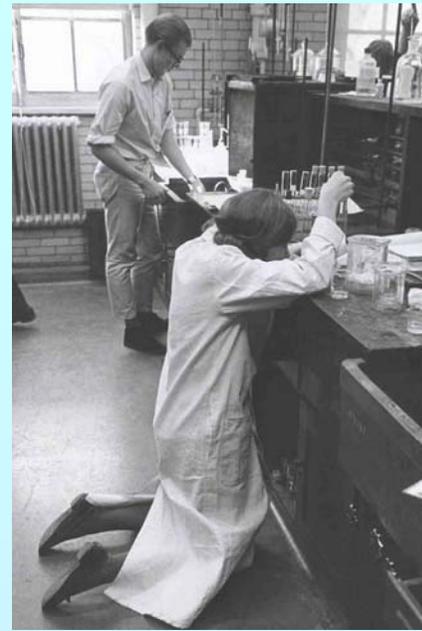
# INTRODUCCIÓN



- El LATU es una institución certificada por la norma ISO 9001 y aproximadamente 250 de los ensayos químicos y físicos que se realizan en los laboratorios de ensayo se encuentran acreditados por la norma ISO 17025. Está implementado por lo tanto un Sistema de Gestión que asegura la calidad de los resultados emitidos.
- Dada la dimensión de la institución, que integra diferentes departamentos analíticos especializados, la cantidad de material volumétrico que se utiliza es muy grande.
- En el pasado todo el material volumétrico era calibrado en el área de volumen correspondiente al Departamento de Metrología.



**METROLOGÍA**



**ENSAYOS**

**MEJORA CONTINUA**





# *INTRODUCCIÓN*

- Para mejorar la gestión de los recursos y la calidad de los resultados analíticos, se implementó la política de calibrar el material volumétrico por parte del personal de cada uno de los departamentos que hacen uso del mismo.
- Esto tiene la ventaja de asegurar que el material se calibre en las mismas condiciones y con la misma metodología con que se usa, disminuyendo de esta forma los errores sistemáticos en el uso y favoreciendo el entrenamiento del personal que utiliza el material volumétrico, haciéndolo participar del proceso de calibración.

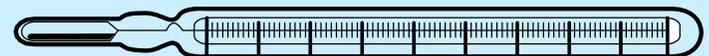


# *INTRODUCCIÓN*

- Para evaluar la **competencia del personal, la calibración del equipamiento y el aseguramiento de calidad en las mediciones realizadas en los distintos departamentos**, se han implementado **Ensayos de Aptitud periódicos** en calibración de material volumétrico en los que participan los nuevos analistas (de forma de validar la forma de uso del material volumétrico) y analistas más experimentados (para evaluar si sus resultados siguen dentro del rango de tolerancia).
- Debemos tener en consideración que los problemas detectados en la calibración del material volumétrico reflejan problemas en el uso del mismo, o sea, en todos los procesos que involucren dicho material.

# *ENSAYOS DE APTITUD*

- En cada ensayo de aptitud se seleccionan un par de ítems de material volumétrico que son calibrados por técnicos del Departamento de Metrología para asignarles el valor de referencia.
- El método utilizado está plasmado en un procedimiento interno de calibración que en el caso de pipetas está basado en las normas ISO 4787(3) e ISO 648(4).



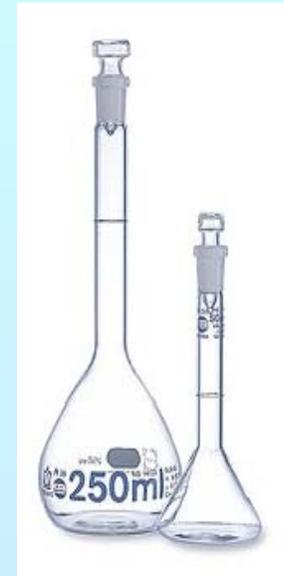


# *ENSAYOS DE APTITUD*

- Los ítems se hacen circular según un plan especificado entre los analistas de los distintos departamentos analíticos del LATU para que procedan a su calibración utilizando igual procedimiento.
- Los resultados de calibración acompañados de sus respectivas incertidumbres son informados al organizador, quien procesa los datos, los evalúa y elabora un reporte.
- Luego se realiza una reunión de devolución con los participantes donde se discuten los resultados, se asignan causas probables a las tendencias y desviaciones, y se evalúan posibles acciones correctivas y preventivas a implementar.

# *ENSAYO DE APTITUD - 2008*

- En el caso del ensayo de aptitud, objeto del presente estudio, se evaluó la competencia de distintos analistas en el uso y calibración de una pipeta aforada de vidrio de 1 ml y una pipeta automática de volumen variable calibrada en un volumen de 1 ml.

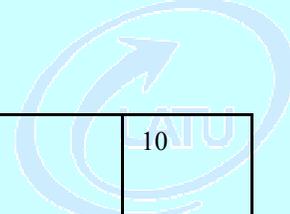




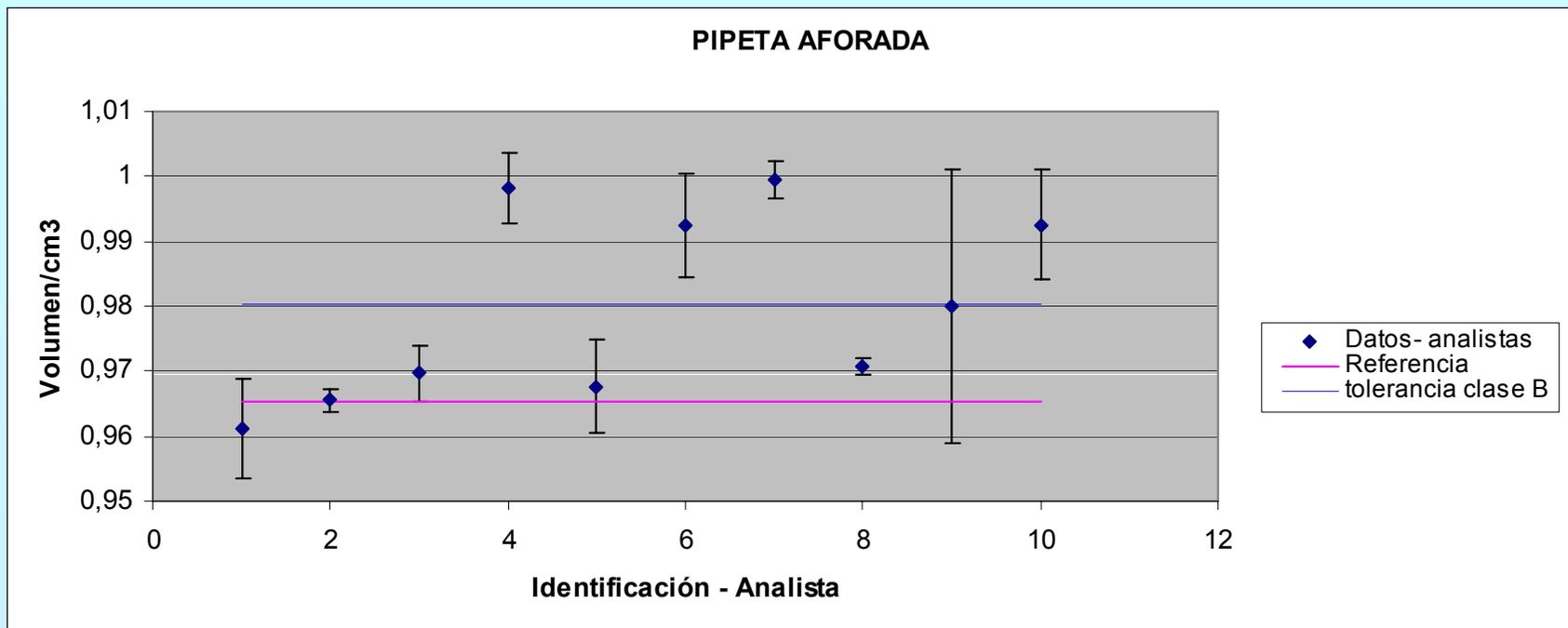
## ***ENSAYO DE APTITUD - 2008***

- Los resultados obtenidos sirvieron no solo para evaluar la calidad de las mediciones de volumen en los departamentos, sino también para comparar el comportamiento en el uso de estos dos tipos de pipetas, las fuentes de incertidumbre asociadas a cada una y su cuantificación.
- Participaron 10 analistas de distintos departamentos del LATU, ocho de ellos pertenecientes al área química y los dos restantes al área de volumen del Departamento de Metrología.
- El valor de referencia fue calculado como el promedio ponderado de los valores obtenidos por los técnicos del área de volumen del Departamento de Metrología, en el caso de la pipeta aforada, y por la media aritmética de los participantes en el caso de la pipeta automática.

## Resultados pipeta aforada

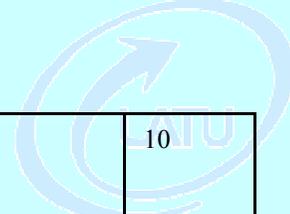


Analista	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Resultado Laboratorio/ cm <sup>3</sup>	0,9612	0,9655	0,9696	0,9983	0,9677	0,9925	0,9995	0,9708	0,9800	0,9926
Incertidumbre Analista/cm <sup>3</sup>	0,0077	0,0018	0,0044	0,0054	0,0073	0,0079	0,0029	0,0012	0,021	0,0084
Valor de referencia/cm <sup>3</sup>	0,9653	0,9653	0,9653	0,9653	0,9653	0,9653	0,9653	0,9653	0,9653	0,9653
Incertidumbre Valor Referencia/cm <sup>3</sup>	0,0150	0,0150	0,0150	0,0150	0,0150	0,0150	0,0150	0,0150	0,0150	0,0150
Error /cm <sup>3</sup>	-0,0041	0,0002	0,0044	0,0330	0,0024	0,0272	0,0342	0,0055	0,0147	0,0273
Error relativo	-0,0041	0,0002	0,0044	0,0330	0,0024	0,0272	0,0342	0,0055	0,0147	0,0273
Error normalizado	-0,24	0,01	0,28	2,07	0,14	1,61	2,24	0,37	0,57	1,59

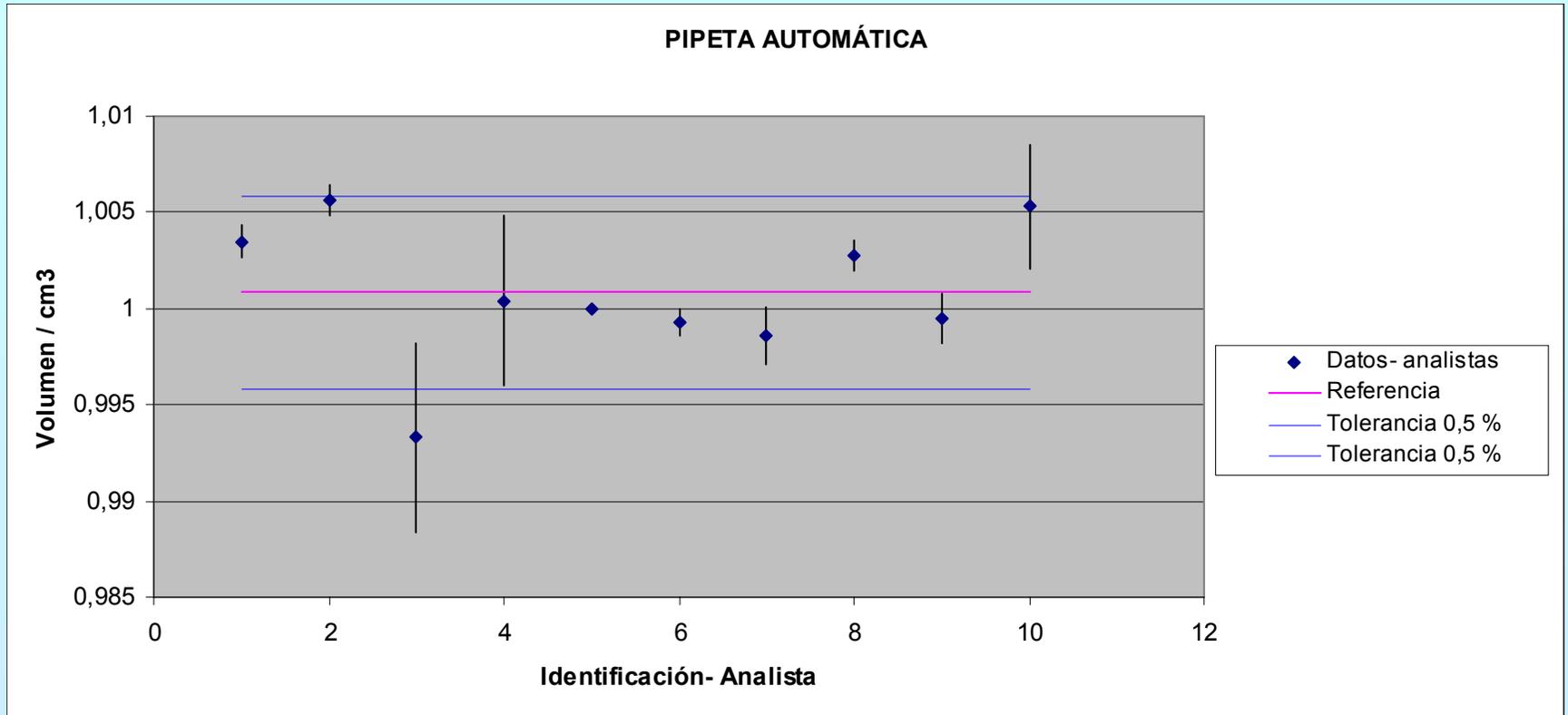


**Figura 1 – Gráfico de resultados con su incertidumbre- pipeta aforada**

## Resultados pipeta automática



Laboratorio	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Resultado Laboratorio/ cm <sup>3</sup>	1,0035	1,0056	0,9933	1,0004	1,0000	0,9993	0,9986	1,0028	0,9995	1,0053
Incertidumbre Laboratorio/cm <sup>3</sup>	0,0008	0,0008	0,0049	0,0044	0,0002	0,0007	0,0015	0,0008	0,0013	0,0032
Valor de referencia/cm <sup>3</sup>	1,00083	1,00083	1,00083	1,00083	1,00083	1,00083	1,00083	1,00083	1,00083	1,00083
Incertidumbre Valor Referencia/cm <sup>3</sup>	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005
Error /cm <sup>3</sup>	0,0027	0,0048	-0,0075	-0,0004	-0,0008	-0,0015	-0,0022	0,0020	-0,0013	0,0045
Error relativo	0,0027	0,0048	-0,0075	-0,0004	-0,0008	-0,0015	-0,0022	0,0020	-0,0013	0,0045
Error normalizado	0,53	0,94	-1,08	-0,06	-0,17	-0,30	-0,43	0,39	-0,26	0,75



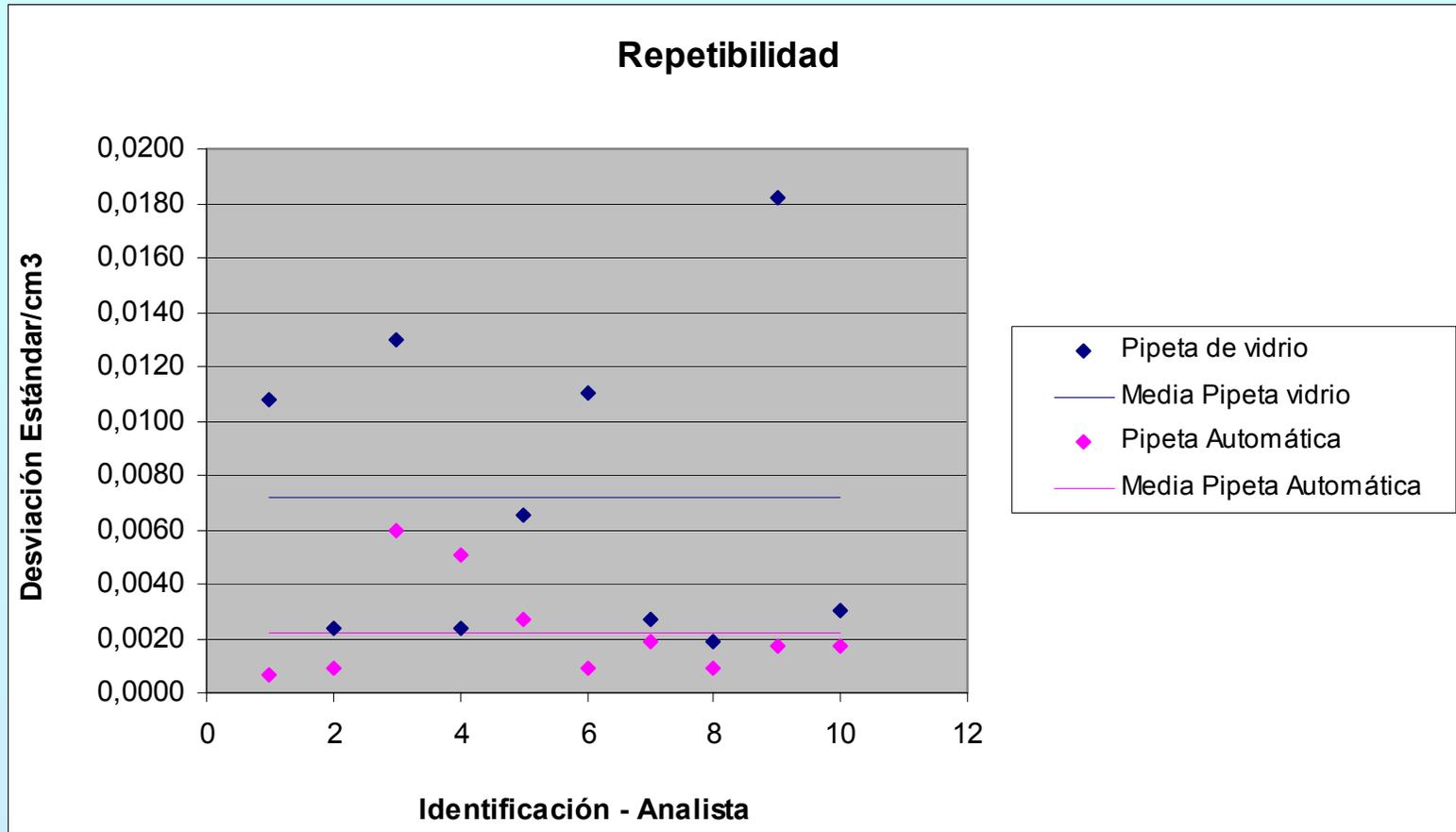
**Figura 2 - Gráfico de resultados con su incertidumbre- pipeta automática**



- $\text{Error} = \text{Valor informado por el analista} - \text{Valor de referencia}$
- Incertidumbre en el valor de referencia:  
En el caso de la pipeta aforada se tomó igual a la tolerancia de la misma y en caso de la automática a un 0,5 % de su volumen.

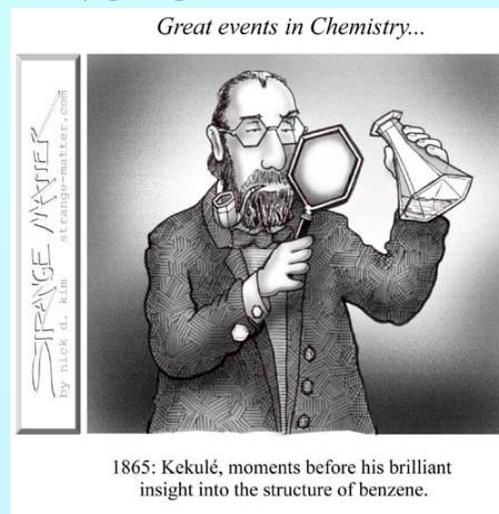
## ***Resultados de repetibilidad de las dos pipetas.***

<b>ANALISTA</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>PIPETA DE VIDRIO/ml</b>	0,0108	0,0024	0,0130	0,0024	0,0065	0,0110	0,0027	0,0019	0,0182	0,0030
<b>PIPETA AUTOMÁTICA/ml</b>	0,0007	0,0009	0,0059	0,0050	0,0027	0,0009	0,0019	0,0009	0,0017	0,0017



**Figura 3 –Gráfico de desvíos estándar**

# *EVALUACIÓN DE RESULTADOS*



- En el caso de la pipeta aforada, cuatro de los 10 analistas presentan errores normalizados mayores que 1.
- En el caso de la pipeta automática todos los errores normalizados son inferiores a 1.
- Inferimos que la pipeta automática tiene mejor reproducibilidad y repetibilidad.



# *EVALUACIÓN DE RESULTADOS*

- Se observa que en el caso de la pipeta aforada, hubo problemas de manipulación por parte de algunos analistas, que hacen que la reproducibilidad de los resultados no sea buena.
- Se debe recalcar que eligió una pipeta de 1 ml clase B, de formato tal que los posibles errores de manipulación se vieran amplificadas, para evidenciarlos y corregirlos.



# *EVALUACIÓN DE RESULTADOS*

- A los efectos de analizar los resultados obtenidos y tomar las acciones correctivas necesarias, en caso de resultados no conformes para el uso propuesto, es importante tener en cuenta algunas de las posibles causas de errores que en su mayoría causan efectos sistemáticos:
- En el caso de la pipeta aforada:
  - Errores en el enrase.
  - Diferencias en la forma de vaciado de la pipeta respecto a la especificada en el procedimiento, sobre todo en la descarga final, ya que se debe dejar el tiempo de escurrido especificado y no realizar ningún movimiento brusco que provoque la descarga de las últimas gotas que no caen por gravedad.



# *EVALUACIÓN DE RESULTADOS*

- En el caso de la pipeta automática:
  - Diferencias en la forma y la fuerza utilizadas para presionar el mecanismo de vaciado de la misma
- En ambas pipetas:
  - Errores en las mediciones de temperatura
  - Errores originados por la calidad del agua destilada utilizada.

# *REUNIÓN DE DISCUSIÓN*



- Esta evaluación se realizó en la reunión de discusión de resultados, donde se evaluaron las posibles causas de los errores constatados.
- Se detectó que en el caso de la pipeta aforada, los valores que están por encima, en su mayor parte se deben a que se realizó algún movimiento brusco de la pipeta, cual provocó la salida de la última porción de agua de su interior, que en otras condiciones no se hubiera dado.
- Pueden haber existido problemas también en la visualización del menisco.



# *REUNIÓN DE DISCUSIÓN*

- Se resolvió, entonces, proceder a un entrenamiento exhaustivo del personal para unificar los criterios de uso, sobre todo en el caso de bajos volúmenes, ya que en los ensayos de aptitud anteriores, con volúmenes mayores, los resultados han sido buenos.
- Como en este caso se utilizó una pipeta que amplificaba los problemas, convendría repetir el estudio una vez finalizado el entrenamiento además con una pipeta de las mejores de plaza y comparar la performance de ambas con cada analista.

# *CONCLUSIONES*

- En el caso de la pipeta automática, los valores obtenidos tienen una mayor reproducibilidad, lo que evidencia que el volumen descargado es el mismo en todas las ocasiones y no parece depender apreciablemente de la fuerza y la forma en que cada analista realiza la descarga.
- Observando los valores de repetibilidad, en la figura 3 se evidencia que la repetibilidad de las mediciones de volumen en el caso de la pipeta automática son mejores que en el caso de la pipeta aforada de vidrio.
- Por lo tanto el uso de pipetas automáticas disminuye la influencia del analista en los volúmenes entregados, siempre y cuando éstas sean de buena calidad.



# *CONCLUSIONES*

- Cuando se usa material volumétrico aforado, sobre todo cuando sus volúmenes son pequeños, debe procederse a una apropiada selección del mismo
- Debe mantenerse un entrenamiento continuo del personal en el uso adecuado del material volumétrico
- Es recomendable, en el caso de querer minimizar las incertidumbres, que la persona que usa el material volumétrico sea la misma que lo calibra. Vemos en ambos tipos de pipetas que los valores de repetibilidad son mucho mejores que los de reproducibilidad, lo que nos hace concluir que si es la misma persona que usa y calibra, se obtendrán menores incertidumbres en los resultados



- Gracias por su atención!!!