

Dirección Técnica de Acreditación

Instituto Boliviano de Metrología



<i>Tipo:</i>	<i>Criterio</i>
<i>Código:</i>	<i>DTA-CRI-014</i>
<i>Versión:</i>	<i>2</i>
<i>Título:</i>	<i>Calibración, trazabilidad y calificación de equipos utilizados en mediciones químicas</i>

Vigente desde: 18 de diciembre de 2012

Control de documentos

<i>Elaborado por:</i>	<i>Hugo Guerrero Postigo</i>
<i>En fecha:</i>	<i>2007-05-17</i>
<i>Revisado por:</i>	<i>Elizabeth Choque Mamani</i>
<i>En fecha:</i>	<i>2012-12-18</i>
<i>Aprobado por:</i>	<i>Elizabeth Choque Mamani</i>
<i>En fecha:</i>	<i>2012-12-18</i>

<i>Observaciones:</i>	
<i>Nombre de archivo:</i>	<i>DTA-CRI-014 V2 CAL. EQUIPOS M. QUÍMICAS</i>

<i>Agradecimientos:</i>	<p><i>Este documento fue posible gracias a la valiosa colaboración y aporte de las siguientes personas:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Ana Maria Romero-CENTRO DE AGUAS Y SANEAMIENTO AMBIENTAL – UMSS • Arcenio Félix Terrazas Villarroel-LABORATORIO DE PROCESOS QUÍMICOS – UAGRM • Brian Francisco Gonzalez Pinell-EMPRESA MINERA SINCHI WAYRA S.A. • Carlos Erlan Pozo Chavez-LABORATORIO DE PROCESOS QUÍMICOS – UAGRM • Carmen Susana López Choque-BAREMSA • Carina Canaza Murillo-SERGEOTECMIN • César Rospigliosi Brañez-UTALAB – UAGRM • Daniel Delgado Quiroga-QUEBRACHO SRL • Dario Terrazas Robles-COMMETAL • Doris Morochi Quispe-CIDTA – UAGRM • Eliana Rocha Giardina-INLASA – LABORATORIO QUÍMICA DE ALIMENTOS • Elizabeth Suca Gutiérrez-COMMETAL • Fanny Rosario Mena de Bascopé-SPECTROLAB • Faviola Vidal Velásquez-INLASA – LAB. DE NUTRICIÓN • Francisco Bellot Alarcón-INSTITUTO DE INGENIERIA SANITARIA Y AMBIENTAL • Francisco Caba-FUNDACIÓN I.T.A. • Freddy López Zamora-CEANID – UAJMS • Gustavo Tejerina-COMMETAL • Herbert Gonzalo Guevara Pérez-EMPRESA MINERA INTI RAYMI S.A • Javier Sejas Medrano –SPECTROLAB • Jeaneth Verduguez Quiroga-CENTRO DE AGUAS Y SANEAMIENTO AMBIENTAL – UMSS • José Luis Bohórquez Cárdenas-LABORATORIO QUÍMICO IGEMA-UMSA • Job Seang Yapura Mendoza-EMPRESA METALÚRGICA VINTO • Jorge Quenallata-LABORATORIOS BAGÓ • Juan Barbeito Velasco-LABORATORIO DE PROCESOS QUÍMICOS – UAGRM • Karen Ugarteche Valverde-LABORATORIO DEL MEDIO AMBIENTE –
-------------------------	--

	<p>UAGRM</p> <ul style="list-style-type: none"> • Leonor Mejia Guerrero-INLASA – MINISTERIO DE SALUD Y DEPORTES • Luis Mena Lozano-SGS BOLIVIA S.A. • Luis Enrique Saucedo Borentein-COOPERATIVA RURAL DE ELECTRIFICACIÓN CRE Ltda. • Luis Waldo Gutierrez Bustillo-PETROBRAS BOLIVIA REFINACIÓN • Neftaly César Verduguez Terceros-UTALAB – UAGRM • Magali Romero Herrera-LABORATORIO DEL MEDIO AMBIENTE • Magali Peralta Landivar-UAGRM – LABROB • Martha Baltasar Mendoza –SPECTROLAB • Mario Alberto Cadena Velásquez-LABORATORIO CONDE MORALES • Ma. Karina Pedraza Mendoza-UAGRM – LABROB • Marcia Teresa Vargas Fernández-INSTRUMENTACIÓN Y CONTROL BOLIVIA S.R.L. • Marcelino Taboada Prudencio-MINERA SAN CRISTOBAL S.A. • Marcelina Ortuño Alvarado-ASOCIACIÓN DE AVICULTORES DE SANTA CRUZ • Nilton Equiza-COMINESA • Mónica Hurtado Collado-BAREMSA • Myriam Lina Trigo Orsini-CEANID – UAJMS • Omar Conde Ortega-LABORATORIO CONDE MORALES • Oscar Martins Teodovich-INSTRUMENTACIÓN Y CONTROL BOLIVIA S.R.L. • Pedro Martinez Aguirre –EMUSA • Rene Quijarro-COPLA Ltda. • Ramiro Rodriguez Bracamonte-RADIAN • Raul Francisco López Moreno-COOPERATIVA RURAL DE ELECTRIFICACIÓN CRE Ltda.. • Raúl Rolando Tardio Orías-LABORATORIO DEL MEDIO AMBIENTE – UAGRM • Rene Huarita Orozco-EMPRESA MINERA PAITITI S.A. • Reyner Justiniano Garrido-EMBOL S.A. • Ricardo Izando Pimentel-EMUSA • Rosa Encalada Vargas-EMPRESA MINERA LAMBOL S.A. • Rosemary Torrez Yañez –SPECTROLAB • Ross Mery Vaca Oliva-SAE LABS • Rolando Álvarez G.-FLASH SRL • Romnie Arispe Valderrama-QUEBRACHO S.R.L. • Ruth Viviana La Fuente Mendoza-LABORATORIO SAE LABS • Sandra Arroyo Flores – Laboratorios EMURA S.R.L. • Sergio Vargas Ramirez-SERVOLAB • Syntia Susana Estrada Araoz-SGS BOLIVIA S.A. • Tatiana Virginia Flores Orosco-LACEEL • Victor Manuel Miranda Salinas-CONSULTORA SIG • Vania García Rada-INSTITUTO DE ECOLOGÍA – UMSA
--	---

Contenido

1	Objeto	5
2	Alcance	5
3	Responsabilidad	5
4	Referencias documentales	5
5	Definiciones	5
6	Antecedentes	8
7	Confirmación metrológica y calificación de equipos	9
8	Confirmación Metrológica (CM).....	9
9	Calificación de Equipos e Instrumentos de Medición (CEIMA)	11
10	Casos particulares.....	12
11	Trazabilidad de la medición	12
12	Incertidumbre de medición	15
13	¿Dónde se puede Obtener Mayor Información?	15
	ANEXO A: CROMATÓGRAFOS DE GASES.....	15
	ANEXO B: CROMATÓGRAFOS DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN.....	17
	ANEXO C: CROMATÓGRAFOS DE IONES	18
	ANEXO D: CONDUCTIVÍMETROS	19
	ANEXO E: ESPECTROFOTÓMETROS DE ABSORCIÓN ATÓMICA.....	20
	ANEXO F: ESPECTROFOTÓMETROS DE EMISIÓN ATÓMICA CON PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE	21
	ANEXO G: ESPECTROFOTÓMETROS ULTRAVIOLETA VISIBLE	23
	ANEXO H: PH-METROS.....	25

1 OBJETO

Este documento establece los criterios que la Dirección Técnica de Acreditación (DTA) del Instituto Boliviano de Metrología usa para evaluar el cumplimiento de los requisitos de trazabilidad de las mediciones en equipos utilizados para realizar mediciones químicas.

2 ALCANCE

Los criterios descritos en este documento deben ser aplicados a la evaluación de equipos utilizados para realizar mediciones químicas por:

- Evaluadores de laboratorios de ensayos que participan en el proceso de evaluación y acreditación de la DTA.
- Laboratorios acreditados
- Laboratorios de ensayo en proceso de acreditación.
- Interesados en montar un laboratorio de ensayo.

3 RESPONSABILIDAD

El Responsable de Laboratorios de la DTA del IBMETRO tiene a su cargo asegurar que el presente documento sea difundido entre evaluadores, expertos y laboratorios acreditados o en proceso de acreditación, para asegurar su aplicación.

4 REFERENCIAS DOCUMENTALES

- 4.1 NB-ISO-IEC 17025:2005. Requisitos Generales para la Competencia Técnica de Laboratorios de Calibración y Ensayo.
- 4.2 NB-ISO-21001:2001. Vocabulario internacional de términos básicos y generales de metrología
- 4.3 NB-ISO-10012:2004. Sistemas de gestión de las mediciones-Requisitos para los procesos de medición y los equipos de medición
- 4.4 DTA-REG-001 V3. Reglamento general para la acreditación de organismos de evaluación de la conformidad.
- 4.5 DTA-CRI-011: Estimación de la incertidumbre de las mediciones en Laboratorios de Ensayo
- 4.6 DTA-CRI-012: Política sobre trazabilidad de los resultados de medición
- 4.7 DTA-PUB-022: Selección y uso de materiales de referencia certificados
- 4.8 IAAC GD 002/04:2003. Política de trazabilidad de los resultados de las mediciones

5 DEFINICIONES

- 5.1 **AJUSTE:** Operación de llevar un instrumento de medición a un estado de funcionamiento adecuado para su uso [NB-21001:2001].
- 5.2 **CALIBRACIÓN:** Operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permite

obtener un resultado de medida a partir de una indicación.

NOTAS

1 Una calibración puede expresarse mediante una declaración, una función de calibración, un diagrama de calibración, una curva de calibración o una tabla de calibración. En algunos casos, puede consistir en una corrección aditiva o multiplicativa de la indicación con su incertidumbre correspondiente..

2 Conviene no confundir la calibración con el ajuste de un sistema de medida, a menudo llamado incorrectamente "autocalibración", ni con una verificación de la calibración.

3 Frecuentemente se interpreta que únicamente la primera etapa de esta definición corresponde a la calibración.

[VIM: 2008 Vocabulario Internacional de Metrología – Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM)]

5.3 CALIFICACIÓN DE EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN ANALÍTICA (CEIMA): Proceso general que asegura que un instrumento es apropiado para el uso propuesto y que su desempeño está de acuerdo a las especificaciones establecidas por el usuario y el proveedor.

5.4 CALIFICACIÓN DEL DISEÑO (CD): Cubre todos los procedimientos previos a la instalación del sistema en el ambiente seleccionado. La CD define las especificaciones operacionales y funcionales del instrumento y detalla las decisiones deliberadas en la selección del proveedor.

5.5 CALIFICACIÓN DE INSTALACIÓN (CI): Cubre todos los procedimientos relacionados a la instalación del instrumento en el ambiente seleccionado. La CI establece que el instrumento se recibió como se diseñó y se especificó, que este instrumento fue adecuadamente instalado en el ambiente seleccionado, y que este ambiente es apropiado para la operación y uso del instrumento.

5.6 CALIFICACIÓN DE OPERACIÓN (CO): Es el proceso en donde se demuestra que un instrumento funcionará de acuerdo a su especificación operacional en el ambiente seleccionado.

5.7 CALIFICACIÓN DE DESEMPEÑO (C DE D): Es definida como el proceso mediante el cual se demuestra que un instrumento se desempeña consistentemente de acuerdo a una especificación apropiada para su uso rutinario.

5.8 CARACTERÍSTICA METROLÓGICA: Característica identificable que puede influir en los resultados de la medición.

NOTAS

Los equipos de medición generalmente tienen varias características metrológicas.

Las características metrológicas pueden ser el objeto de la calibración.

5.9 CONFIRMACIÓN METROLÓGICA: Conjunto de operaciones requeridas para asegurarse de que el equipo de medición es conforme a los requisitos correspondientes a su uso previsto.

NOTAS

La confirmación metrológica generalmente incluye la calibración y verificación, cualquier ajuste o reparación necesaria, y la subsiguiente recalibración, la comparación con los requisitos metrológicos del uso previsto del equipo, así como cualquier sellado y etiquetado requerido.

La confirmación metrológica no se logra hasta que se haya demostrado y documentado la adecuación del equipo de medición para el uso previsto.

Los requisitos para el uso previsto incluyen consideraciones tales como alcance, resolución y error máximo permitido.

Los requisitos metrológicos normalmente difieren de los requisitos para el producto y no están especificados en éstos.

5.10 ENSAYO (PRUEBA): Operación técnica que consiste en la determinación de una o más características o desempeño de un producto, material, equipo, organismo, fenómeno físico, proceso o servicio dado [NB-21001:2001].

NOTA

Los ensayos (PRUEBA) pueden ser cualitativas o cuantitativas, pueden también ser la determinación de las características de desempeño de un proceso o servicio, sin embargo, en lo relativo a las pruebas analíticas cuantitativas, la prueba (ensayo) incluye siempre un Método de Medición y por lo mismo, los conceptos de Trazabilidad e Incertidumbre se aplican a este tipo de métodos de prueba (ensayos).

5.11 MATERIAL DE REFERENCIA: Material o sustancia en el cuál uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneos y bien definidos, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición o para asignar valores a los materiales. [NB 21001:2001].

5.12 MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO: Material de referencia acompañado de un certificado, en el cuál uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cuál se expresan los valores de la propiedad y en la que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza. [NB 21001:2001].

5.13 MENSURANDO: Magnitud particular sujeta a medición [NB-21001:2001].

5.14 MÉTODO DE ENSAYO (PRUEBA): Procedimiento técnico específico para desarrollar una prueba (ensayo).

NOTA

Los ensayos (pruebas) pueden ser cualitativos, cuantitativos y la determinación de las características de desempeño de un proceso o servicio. Los ensayos (pruebas) cuantitativos son métodos de medición (ver definición); algunos de ellos están incluidos dentro de los métodos de ensayo (prueba). Los ensayos (pruebas) cualitativos no incluyen cuantificaciones de mensurandos, por lo que en éstos no se aplican los conceptos de trazabilidad e incertidumbre.

5.15 MEDICIÓN: Conjunto de operaciones que tienen por objetivo determinar el valor de una magnitud [NB-21001:2001].

5.16 MÉTODO DE MEDICIÓN: Secuencia lógica de operaciones, descrita genéricamente, usada en la realización de mediciones.

NOTA

Para los propósitos de este documento, los métodos de ensayo en química analítica cuantitativa (ver definición), siempre incluyen un método de medición. Para los fines de acreditación, el nombre con el que se identifica el método de medición es el mismo nombre que el empleado para el método de ensayo que se quiere acreditar.

5.17 PRINCIPIO DE MEDICION: Es la base científica de una medición, por ejemplo, el efecto termoeléctrico en la medición de temperatura, el efecto Doppler en la medición de velocidad, el efecto Raman en la medición del número de onda de vibraciones moleculares [NB-21001:2001].

NOTA

En mediciones químicas se utiliza el concepto de "Técnica analítica" para designar el principio químico o físico en que se fundamenta una medición analítica. Este principio, solo o combinado con otros, se materializa generalmente mediante un instrumento (ejemplos: espectrometría de masas, cromatografía de gases, espectrofotometría de absorción atómica).

5.18 PROCEDIMIENTO DE MEDICIÓN: Conjunto de operaciones, descritas

específicamente, usadas en la realización de mediciones particulares de acuerdo a un método dado [NB-21001:2001].

5.19 SISTEMA DE MEDICIÓN: Conjunto completo de instrumentos de medición y otro equipo, acoplados para realizar mediciones específicas. [NB-21001:2001].

NOTA

Se refiere a todos los equipos e instrumentos de medición (equipos de laboratorio, materiales y reactivos) que intervienen en la realización de una medición, por ejemplo:

- *Sistema de medición para la determinación de plomo en agua potable consta de:*
 - *Espectrómetro de absorción atómica*
 - *Pipetas volumétricas*
 - *Matraz aforado*
- *Sistema de Medición para la determinación de cadmio en cerámica consta de:*
 - *Espectrómetro de absorción atómica*
 - *Balanza*
 - *Pipetas volumétricas*
 - *Matraz aforado*
 - *Termómetro*
 - *Solución de ácido acético al 4%*

5.20 TRAZABILIDAD: Propiedad del resultado de una medición o de un patrón, tal que éstos puedan ser relacionados con referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas ellas incertidumbres determinadas. [NB-21001:2001].

NOTAS

El resultado de una medición o el valor de un patrón son los que están relacionados con referencias determinadas

Este concepto se expresa frecuentemente por el adjetivo trazable.

La cadena ininterrumpida de comparaciones es llamada cadena de trazabilidad.

5.21 VALIDACIÓN: Es la confirmación por examen y la provisión de evidencia objetiva de que se cumplen los **requisitos** particulares para un uso específico propuesto. [NB-ISO-IEC 17025:2005]

6 ANTECEDENTES

6.1 Las medidas o resultados de una medición son caracterizados por su trazabilidad y por un valor estimado de su incertidumbre. La confiabilidad del resultado de una medición es el factor de mayor importancia para la toma de decisiones por parte de los usuarios de este resultado.

6.2 Los ensayos (pruebas) pueden ser cualitativos, cuantitativos y la determinación de las características de desempeño de un proceso o servicio. Los ensayos (pruebas) cuantitativos son métodos de medición (ver definición); algunos de ellos están incluidos dentro de los métodos de ensayo (prueba). Los ensayos (pruebas) cualitativos no incluyen cuantificaciones de mensurandos, por lo que en éstos no se aplican los conceptos de trazabilidad e incertidumbre

6.3 La base para realizar mediciones cuantitativas es el **Sistema de Medición**, que es el conjunto completo de instrumentos y equipos de medición, materiales y reactivos para desarrollar un ensayo (prueba).

6.4 Por lo tanto una de las variables a controlar en los sistemas químicos de medición son los equipos, que deben cumplir los requerimientos del método de ensayo y uno de los principales es la calibración.

6.5 La calibración de instrumentos, patrones de medición y la certificación de

materiales de referencia constituyen un elemento fundamental en la tarea de extender la trazabilidad de las mediciones, que se inicia en los patrones nacionales de medida hasta llegar a los usuarios finales. En las actividades de evaluación de la conformidad, los institutos nacionales de metrología, los laboratorios primarios y los laboratorios acreditados de calibración tienen la responsabilidad de extender la trazabilidad de las mediciones a otros usuarios. Por su parte, los laboratorios de ensayo acreditados, apoyándose en la confiabilidad de las mediciones y en la trazabilidad, son responsables de la evaluación de la conformidad de productos y servicios respecto a normas y documentos de referencia.

- 6.6** En este contexto, la DTA recibe solicitudes de laboratorios para acreditar la “calibración” de equipos cuyas características de calibración/verificación interna no pueden ser sustituidas por actividades de calibración externa.
- 6.7** Acreditar laboratorios para “calibrar” dichos equipos podría crear confusión en el mercado y conducir a que muchos laboratorios de ensayo recurran a estos servicios de calibración externa siendo que, en realidad, esta actividad no les aportaría ningún valor añadido ya que no los exime de calibrar/verificar/establecer la función respuesta muy frecuentemente o previo al uso del equipo. Dicho de otra forma, las actividades que debería realizar el laboratorio de ensayo con relación a estos equipos serían las mismas independientemente si se ha realizado una calibración externa o no.
- 6.8** Este documento se ha preparado con el fin de establecer las actividades que son sujetas a acreditación y asegurar que la evaluación de la conformidad es realizada por laboratorios de ensayo con un nivel uniforme de rigor técnico.

7 CONFIRMACIÓN METROLÓGICA Y CALIFICACIÓN DE EQUIPOS

- 7.1** En la práctica, la selección de un instrumento de medición se inicia delimitando su uso previsto y definiendo las características metrológicas requeridas para obtener mediciones confiables. La selección del instrumento de medición se realiza comparando los requisitos metrológicos con las declaraciones del fabricante.
- 7.2** Es importante que los instrumentos de medición se mantengan bajo control, con la finalidad de evaluar su desempeño y cumplir con los requisitos de la Norma NB-ISO/IEC – 17025:2005, que exige a los laboratorios de ensayo presentar evidencia referida a que los instrumentos cumplen con el propósito de uso establecido, con un estado de mantenimiento adecuado y se encuentran calibrados a patrones nacionales o internacionales, con la finalidad de demostrar la validez de sus resultados de medición.
- 7.3** La presentación de evidencia se realiza mediante los resultados de los procesos de **Confirmación Metrológica y Calificación de Instrumentos Analíticos (CEIMA)**.
- 7.4** El proceso de CEIMA debe aplicarse a todos los instrumentos de medición analítica.

8 CONFIRMACIÓN METROLÓGICA (CM)

- 8.1** El proceso de CM se aplica a los instrumentos que se emplean en mediciones físicas (tales como balanzas analíticas, termómetros, manómetros, hidrómetros,

picnómetros, sonómetros, luxómetros, cronómetros y flujómetros, entre otros) y que se calibran externamente según las directrices del Criterio DTA-CRI-012. El proceso de calibración evidencia que el equipo es adecuado para el uso propuesto.

8.2 Las Características Metrológicas del Equipo de Medición (CMEM) son factores que contribuyen a la incertidumbre de la medición. Las CMEM permiten realizar la comparación directa con los Requisitos Metrológicos del Cliente (RMC) para establecer la Confirmación Metrológica (CM).

8.3 Los RMC se refieren normalmente a los requerimientos del método de ensayo acreditado para satisfacer las necesidades del cliente del laboratorio, en cuanto al desempeño y especificaciones de los equipos a utilizarse.

G1. *El laboratorio debe disponer de documentación que contenga los requisitos metrológicos del cliente (RMC) considerados en el proceso de CM.*

Ejemplo de algunos RMC:

Intervalo de trabajo, sesgo, incertidumbre, estabilidad, deriva, resolución, entre otros.

G2. *El laboratorio debe disponer de documentación que contenga las características metrológicas del equipo de medición (CMEM) consideradas en el proceso de CM.*

Ejemplo de documentos que contengan CMEM:

Certificado de calibración, Informe de calibración.

G3. *El laboratorio debe disponer de registros de la Verificación Metrológica. Evidencias y documentos usados para determinar los intervalos de CM y verificar que los mismos estén basados en los datos obtenidos a partir del historial de las confirmaciones metrológicas.*

8.4 Los intervalos de CM deben ser revisados y ajustados a las necesidades de aseguramiento continuo con los RMC. Los intervalos de calibración y de CM pueden ser iguales.

G4. *Cada vez que un instrumento sea reparado, ajustado o modificado, el laboratorio debe llevar registros evidenciando que la confirmación metrológica (CM) se ha realizado.*

8.5 Los componentes de los sistemas de medición en el laboratorio:

- Termómetros y balanzas analíticas que se utilicen para la medición de masa de muestras y materiales de referencia deben seguir los lineamientos de la CM.
- El material volumétrico que se utilice en la preparación de los materiales de referencia (disoluciones de trabajo) debe seguir los lineamientos de la CM, excepto cuando dichas disoluciones sean preparadas gravimétricamente.
- En los casos en que no aplique la calibración de material volumétrico, el laboratorio debe llevar registros de controles que demuestren la realización de verificaciones con referencia a las especificaciones del fabricante.

G5. *Además de la CM, el laboratorio debe presentar los procedimientos empleados y registros (cartas de control, kardex de equipos, por ejemplo) para los sistemas de control implantados en los equipos de medición, con*

el objeto de asegurar la vigencia de la confirmación metrológica y que los equipos estén dentro de los requerimientos de ésta.

- G6.** *La calibración de material volumétrico, termómetros u otro instrumento de medición (manómetros, higrómetros, etc.), es obligatoria, sólo si su influencia en la incertidumbre de la medición es significativa, lo cuál debe demostrarse documentalmente. En estos casos, el laboratorio debe tener evidencias de la verificación periódica de la calibración de sus instrumentos o materiales, de acuerdo a su uso.*
- G7.** *En los casos en que no se requiere la calibración de material volumétrico, termómetros u otros instrumentos (por no contribuir significativamente en la incertidumbre de la medición), el laboratorio deberá presentar evidencias de la verificación, según las especificaciones del fabricante, antes de su uso y periódicamente, de acuerdo a su uso.*

9 CALIFICACIÓN DE EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN (CEIMA)

9.1 La CEIMA se compone de los siguientes procesos, la Calificación de diseño (CD), Calificación de instalación (CI), Calificación de operación (CO) y Calificación de desempeño (C de D).

G8. *El laboratorio debe contar con procedimientos o protocolos de Calificación de Equipo de Instrumentación Analítica (CEIMA), en el cual se incluyan todos los procesos, así como evidencia de su cumplimiento.*

9.2 El laboratorio debe asegurar que los registros del CEIMA se encuentren documentados de acuerdo a las características metrológicas del equipo.

G9. *Adicionalmente el laboratorio debe contar con evidencia de recalificación del equipo en la(s) etapa(s) aplicable(s), en los siguientes casos:*

- *Cambio de localización del equipo.*
- *Interrupción prolongada de los servicios que pueda poner en duda la estabilidad del desempeño del equipo.*
- *Mantenimiento mayor con cambio de partes que afecten la medición (Inyector, Columna, Detector, Sistema de Datos, entre otros).*
- *Modificación de diseño.*
- *Cambio de uso*
- *Periodos establecidos de volumen o tiempo de trabajo especialmente en la calificación de operación y calificación de desempeño.*

Por ejemplo: Si un cromatógrafo de gases está calificado para realizar análisis de plaguicidas y actualmente se emplea para análisis de Bifenilos policlorados (PCB) en Aceites de Transformador, cambio de niveles de composición próxima a niveles traza.

G10. *Los laboratorios de ensayo deben evaluar y establecer el proceso de calificación de tal forma que sus equipos alcancen y mantengan la exactitud requerida cumpliendo con las especificaciones de los métodos de ensayo.*

9.3 En los Anexos de este documento se presentan directrices de calificación para los siguientes equipos utilizados en mediciones químicas:

- Anexo A: Cromatógrafos de gases
- Anexo B: Cromatógrafos de líquidos de alta resolución

- Anexo C: Cromatógrafos de iones
- Anexo D: Conductivímetros
- Anexo E: Espectrofotómetros de absorción atómica
- Anexo F: Espectrofotómetros de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente
- Anexo G: Espectrofotómetros ultravioleta visible
- Anexo H: pH-metros

10 CASOS PARTICULARES

- 10.1** El material volumétrico que se utilice para **diluir muestras**, debe ser Clase A verificado considerando su estado físico y con base a criterios estadísticamente significativos (el laboratorio debe desarrollar criterios estadísticos para el muestreo de los materiales volumétricos a verificar, basados en el número de piezas y el tiempo entre verificaciones).
- 10.2** La verificación contra las especificaciones debe ser realizada por el laboratorio con un procedimiento técnicamente válido y los registros correspondientes, ésta debe ser realizada antes de ser puesto en servicio y en periodos establecidos durante su vida útil.
- 10.3** Los hornos de microondas, autoclaves, baños termostáticos, cámaras ambientales y sistemas especiales de digestión, deben ser verificados de acuerdo a sus especificaciones y mantenerse bajo control.

11 TRAZABILIDAD DE LA MEDICIÓN

- 11.1** La trazabilidad del resultado de una medición está relacionada con la diseminación de la unidad correspondiente a la magnitud que se mide. La expresión del valor de una magnitud incluye la referencia a una unidad de medida, la cual ha sido elegida por acuerdo, y por tanto, las medidas de la misma magnitud deben estar referidas a la misma unidad. Aún cuando la definición de trazabilidad no impone limitaciones sobre la naturaleza de las referencias determinadas, es conveniente lograr la uniformidad universal de las mismas mediante el uso de las unidades del Sistema Internacional de Unidades, SI, las cuales ya han sido convenidas en el marco de la Convención del Metro. En Bolivia, es obligatorio el uso del Sistema General de Unidades, el cual contiene a las unidades del SI.
- 11.2** Cuando se requiere demostrar trazabilidad, la calibración de instrumentos empleados en las mediciones físicas deberá seguir los criterios establecidos en DTA-CRI-012.
- 11.3** En las mediciones químicas se establece la trazabilidad a la cantidad de sustancia mediante la curva de calibración, por medio de la cual se determina la relación entre la señal del instrumento de medición y la concentración del mensurando gracias a los Materiales de los Referencia Certificados.
- 11.4** Los elementos de la trazabilidad en este tipo de mediciones son:
- El resultado de la medición cuyo valor es trazable. (La trazabilidad es hacia el SI, mediante los valores de los MRC con su incertidumbre)

- Las referencias determinadas a patrones nacionales o internacionales. (Los valores de los patrones de trabajo deben ser trazables a valores de los MRC nacionales o internacionales)
 - Cadena ininterrumpida de comparaciones. (Contar con una carta de trazabilidad o esquema en que se evidencie la utilización de MRC trazables al SI)
 - El valor de la incertidumbre de las mediciones en cada comparación. (La carta de trazabilidad debe contar con los valores y las incertidumbres estimadas en cada comparación)
 - La referencia al procedimiento de calibración o método de medición química en cada comparación preferentemente.
 - La referencia al organismo responsable de la calibración, de la certificación del material de referencia, de la realización del método de referencia, o del Sistema de medición de referencia, en cada comparación.
- 11.5** Existen algunos mensurandos definidos por mediciones dependientes del método de medición, en tales casos la trazabilidad del valor del resultado esta establecida al método, por medio de la utilización de MRC en la etapa de cuantificación y trazabilidad al SI de cada una de las magnitudes que intervienen en el cálculo del valor del mensurando.
- Por ejemplo:**
En el caso de Pb y Cd en cerámica vidriada, se debe tener trazabilidad de las magnitudes de volumen y concentración de masa de Pb y Cd, mediante la calibración de la balanza y del material volumétrico según criterios de DTA-CRI-012 y la utilización de MRC para cuantificar (curvas de calibración).
- 11.6** Existen dos tipos de MRC:
- Los MRC que se utilizan para elaborar curvas de calibración y dar trazabilidad a las mediciones. Normalmente se encuentran disponibles en matrices simples y de alta concentración.
 - Los MRC para control de calidad. Son matrices reales (suelo, agua de mar, sangre humana, hígado de pato, etc) a las cuales se les ha agregado o contienen una(s) sustancia(s) químicas en concentraciones similares a las que se encuentra en las muestras reales.
- 11.7** Los valores de referencia, incertidumbres, homogeneidad y estabilidad de los MRC deben ser determinadas por un laboratorio primario o nacional o un organismo competente aprobado por ellos.
- 11.8** El principal uso que se da a los MRC en el marco de los programas de control de calidad es asegurar la confiabilidad de sus mediciones con cierta periodicidad. Rutinariamente se pueden utilizar MR para realizar control estadístico.
- 11.1** Durante las evaluaciones de la DTA, los evaluadores solicitarán, cuando corresponda, lo establecido en el formato del cuadro 1: Ejemplo de Trazabilidad de las Mediciones Analíticas, donde se muestran las formas prácticas en que un laboratorio alcanza trazabilidad y se indican los instrumentos y equipos de medición que requieran calibración externa, CM o CEIMA, y las características de los materiales de referencia.

Cuadro 1: Ejemplo de Trazabilidad de las Mediciones analíticas por absorción atómica,

Sistema de medición	Instrumento, equipo y/o material volumétrico calibrado	Validación de método de medición	CEIMA CM	Trazabilidad			Estimación de la incertidumbre	Observaciones
				MRC/PR	Método de referencia	Instrumento		
Espectrómetro de absorción atómica, balanza, pipetas, matraces, MRC y reactivos		Si	CEIMA	Si			Si	Trazabilidad al MRC
	Pipeta volumétrica		CM				Si	
	Matraz aforado		CM				Si	
	Balanza		CM				Si	

11.2 Adicionalmente, se deberá asegurar que el método este bajo control mediante el uso de materiales de control de calidad, ya sean MRC o MR y la participación continua en pruebas interlaboratorio organizadas o coordinadas por la DTA y de otros proveedores que cumplan con las directrices del documento DTA-CRI-015.

G11. *Para demostrar trazabilidad en una medición química, el laboratorio debe utilizar MRC para elaborar curvas de calibración (o en la ejecución de cualquier otro método de calibración química).*

Las fichas técnicas de los MRC deben contener una declaración sobre la cadena de trazabilidad.

G12. *El certificado de un MRC debe especificar claramente:*

- *el valor certificado*
- *la incertidumbre correspondiente con un nivel de confianza declarado*
- *el método utilizado para la determinación del valor certificado*
- *el analito al que corresponde el valor certificado*
- *matriz*
- *recomendaciones de uso*
- *limitaciones*
- *fecha de caducidad*

G13. *El laboratorio debe contar con listado de Materiales de Referencia Certificados utilizados para las mediciones químicas que proporcionen trazabilidad.*

G14. *El laboratorio debe demostrar que: en forma práctica cómo mantiene la trazabilidad de sus mediciones, con el propósito de:*

- *Asegura el mantenimiento de la trazabilidad de las mediciones mediante la comprobación del estado de la caducidad de los MRC, la CEIMA y la CM de los instrumentos entre las calibraciones programadas;*
- *Ha establecido y comprobado, mediante criterios estadísticos, los periodos de calificación y recalibración de los equipos e instrumentos.*
- *Ha revisado y asegurado la relevancia de los certificados de calibración de los instrumentos de medición y de los materiales de referencia certificados asociados a cada uno de los elementos de la cadena de trazabilidad.*
- *Ha establecido cartas de trazabilidad para cada uno de los métodos de ensayo dentro del alcance de la acreditación (en las cuales se muestre para cada método de medición ó técnica empleada: los MRC, la magnitud, mensurandos, unidades, la incertidumbre de medición, analitos y modelo matemático). Se debe hacer referencia a las*

calibraciones o MRC e identificar al organismo responsable de cada calibración, de acuerdo a los certificados o dictámenes de calibración.

G15. *En mediciones analíticas, la identificación del mensurando debe ser acompañada por la matriz, el método de ensayo y la técnica de medición con que se determina, ya que en muchos casos existen resultados de un mismo mensurando que son diferentes y dependientes del método de medición. Por ejemplo calcio soluble en agua residual por la NMX AA 051 SEMARNAT 2001 (AAE) es diferente a calcio soluble en agua potable por volumetría.*

12 INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

- 12.1** El laboratorio debe estimar la incertidumbre de acuerdo a las directrices del DTA-CRI-011
- 12.2** Los ensayos usualmente tienen el propósito de llevar a cabo la evaluación de la conformidad con requisitos establecidos o límites reglamentarios, mediante la comparación de éstos con los resultados de sus mediciones.
- 12.3** La declaración de la incertidumbre de medición es una parte indispensable en la expresión de un resultado.

13 ¿DÓNDE SE PUEDE OBTENER MAYOR INFORMACIÓN?

Si requiere mayor información sobre los temas expuestos en este documento, dirigir sus solicitudes a:

Dirección Técnica de Acreditación – DTA Instituto Boliviano de Metrología - IBMETRO

Avenida Camacho 1488 – Edificio Anexo

Teléfono/Fax +591 2 237-2046

La Paz – BOLIVIA

Email: acreditacion@ibmetro.gob.bo

URL: www.ibmetro.gob.bo/acreditacion

ANEXO A: CROMATÓGRAFOS DE GASES

Calibración y verificación

En cromatografía de gases se incluyen todos los métodos cromatográficos en los que la fase móvil es un gas (gas portador), siendo la fase estacionaria un líquido (CGL) o un sólido (CGS). Se desarrolla en una columna cerrada en la que se encuentra retenida la fase estacionaria y por la que se hace pasar el gas portador, la técnica de separación es la elución.

Iniciado el proceso cromatográfico los componentes de la mezcla se distribuyen entre la fase estacionaria y la fase móvil; la elución tiene lugar forzando el paso de un gas inerte a través de la columna. La fase móvil no interacciona con el analito y su única misión es la de transportar la muestra.

Los cromatógrafos de gases son equipos que requieren CALIBRACIÓN INTERNA y VERIFICACIÓN INTERNA antes del uso.

Trazabilidad

Sistema de medición	Instrumento, equipo y/o material volumétrico calibrado	Validación de método de medición	CEIMA CM	Trazabilidad			Estimación de la incertidumbre	Observaciones
				MRC/PR/EA	Método de referencia	Instrumento		
Cromatógrafo de gases,		⊗	CEIMA	⊗			⊗	Las mediciones se realizan con curva de calibración con MRC
MRC							⊗	Material de referencia Certificado
Balanza	Balanza		CM				⊗	Disoluciones a partir de MRC de concentraciones bajas
Micro pipeta volumétrica	Micro pipeta volumétrica		CM				⊗	Disoluciones a partir de MCR concentraciones altas
Inyector	Inyector		CM				⊗	Automático o manual
Matraz Aforado	Matraz Aforado		CM				⊗	Disolución de muestras sólidas y MRC concentración alta

MRC=Material de Referencia Certificado; MR=Material de referencia; EA= Ensayos de aptitud

Calificación

Los requisitos para la calificación de cromatógrafos de gases pueden incluir pero no limitarse a:

Requisito	Calificación de diseño CD	Calificación de instalación CI	Calificación de operación CO	Calificación de desempeño CyD
Configuración del instrumento de medición (módulos y sus características, Hardware, Software, Consumibles, etc.)	⊗	⊗		
Especificaciones técnicas	⊗	⊗		
Instalaciones y condiciones ambientales		⊗	⊗	
Caída de presión			⊗	⊗
Exactitud del flujo			⊗	
Ruido del detector			⊗	
Precisión (tR)			⊗	⊗
Respuesta del detector (No. Cuentas)	⊗		⊗	⊗
Representación Estadística del Desempeño de la aplicación del Instrumento de Medición (Muestras de Control de Calidad)				⊗
Desempeño de la columna analítica	⊗	⊗	⊗	⊗
Pureza del gas portador	⊗	⊗		
Temperatura CI			⊗	⊗
Temperatura H			⊗	⊗
Linealidad del inyector con división de flujo (si se aplica)				⊗
Presión de vacío	⊗	⊗		⊗

Nota .- La calificación de los requisitos esta sujeta a las características y modelo del equipo

ANEXO B: CROMATÓGRAFOS DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN

Calibración y verificación

La cuantificación se realiza cuando se comparan las respuestas de componentes de concentración conocida contra los componentes en la muestra desconocida, ya sea en forma directa o por medio de una curva de calibración, obedeciendo a la Ley de Ohm.

Los cromatógrafos de líquidos de alta resolución son equipos que requieren CALIBRACIÓN INTERNA y VERIFICACIÓN INTERNA antes del uso.

Trazabilidad

Sistema de medición	Instrumento, equipo y/o material volumétrico calibrado	Validación de método de medición	CEIMA CM	Trazabilidad			Estimación de la incertidumbre	Observaciones
				MRC/PR/EA	Método de referencia	Instrumento		
Cromatógrafo de líquido de alta resolución,		⊗	CEIMA	⊗			⊗	Las mediciones se realizan con curva de calibración con MRC
MRC				⊗			⊗	
pH metro	pH metro		CEIMA	⊗			⊗	Cuando sea necesario
Pipeta volumétrica	Pipeta volumétrica		CM				⊗	
Micro pipeta	Micro pipeta		CM				⊗	
Micro Jeringa	Micro Jeringa		CM				⊗	
Matraz aforado	Matraz aforado		CM				⊗	
Balanza	Balanza		CM				⊗	

MRC=Material de Referencia Certificado; PR=Material de referencia; EA= Ensayos de aptitud

Calificación

Los requisitos para la calificación de cromatógrafo líquido de alta resolución pueden incluir pero no limitarse a:

Requisito	Calificación de diseño CD	Calificación de instalación CI	Calificación de operación CO	Calificación de desempeño CyD
Configuración del Instrumento de Medición (Módulos y sus características, Hardware, Software, Consumibles, ...)	⊗	⊗		
Especificaciones técnicas	⊗	⊗		
Instalaciones y condiciones ambientales		⊗		
Exactitud de longitud de onda			⊗	
Volumen de inyección			⊗	
Comprobación de la velocidad de flujo			⊗	
Espectro de filtro de olmio				⊗
Desempeño de la columna analítica			⊗	
Temperatura del horno			⊗	

Nota.- La calificación de los requisitos esta sujeta a las características y modelo del equipo

ANEXO C: CROMATÓGRAFOS DE IONES

Calibración y verificación

La cuantificación se realiza cuando se comparan las respuestas de componentes de concentración conocida contra los componentes en la muestra desconocida, ya sea en forma directa o por medio de una curva de calibración, obedeciendo a la Ley de Ohm.

Los cromatógrafos de iones son equipos que requieren CALIBRACIÓN INTERNA y VERIFICACIÓN INTERNA antes del uso.

Trazabilidad

Sistema de medición	Instrumento, equipo y/o material volumétrico calibrado	Validación de método de medición	CEIMA CM	Trazabilidad			Estimación de la incertidumbre	Observaciones
				MCR/PR/EA	Método de referencia	Instrumento		
Cromatógrafo de iones		⊗	CEIMA	⊗			⊗	Las mediciones se realizan con curva de calibración con MRC
MRC				⊗			⊗	
Pipeta volumétrica	Pipeta volumétrica		CM				⊗	
Matraz aforado	Matraz aforado		CM				⊗	
Balanza	Balanza		CM				⊗	

MRC=Material de Referencia Certificado; PR=Material de referencia; EA= Ensayos de aptitud

Calificación

Los requisitos para la calificación de cromatógrafo de iones pueden incluir pero no limitarse a:

Requisito	Calificación de diseño CD	Calificación de instalación CI	Calificación de operación CO	Calificación de desempeño CyD
Configuración del Instrumento de Medición (Módulos y sus características, Hardware, Software, Consumibles, ...)	⊗	⊗		
Especificaciones técnicas	⊗	⊗		
Instalaciones y condiciones ambientales		⊗		
Exactitud del tiempo de retención			⊗	
Volumen de inyección			⊗	
Comprobación de la velocidad de flujo			⊗	
Control de la presión		⊗	⊗	⊗
Control de la columna			⊗	

Nota.- La calificación de los requisitos esta sujeta a las características y modelo del equipo

ANEXO D: CONDUCTIVÍMETROS

Calibración y verificación

Hay dos magnitudes a controlar: Conductividad y conductancia. La conductividad se comprueba mediante una solución de KCl. Aunque son un poco más estables que los pH metros también requieren actividades internas (calibración /verificación) frecuentes no sustituibles por una posible calibración externa.

Los conductivímetros son equipos que requieren CALIBRACIÓN INTERNA y VERIFICACIÓN INTERNA antes del uso.

Trazabilidad

Sistema de medición	Instrumento, equipo y/o material volumétrico calibrado	Validación de método de medición	CEIMA CM	Trazabilidad			Estimación de la incertidumbre	Observaciones
				MRC/PR/EA	Método de referencia	Instrumento		
Medidor de conductividad- Celda de medición		⊗	CEIMA	⊗			⊗	Trazable al MRC
MRC				⊗			⊗	
Matraz aforado	Matraz aforado		CM				⊗	
Balanza	Balanza		CM				⊗	
Termómetro	Termómetro		CM				⊗	

MRC=Material de Referencia Certificado; PR=Material de referencia; EA= Ensayos de aptitud

Calificación: Los requisitos para la calificación de conductivímetro pueden incluir pero no limitarse a:

Requisito	Calificación de diseño CD	Calificación de instalación CI	Calificación de operación CO	Calificación de desempeño CyD
Configuración del Instrumento de Medición (Módulos y sus características, Hardware, Software, Consumibles, ...)	⊗	⊗		
Especificaciones técnicas	⊗	⊗		
Corrección automática de temperatura (opcional o permanente)	⊗	⊗	⊗	⊗
Coefficiente de corrección (ajustable por el usuario, semifijos o fijos en un solo valor , 2% por ejemplo)	⊗	⊗		
Resolución (1 μ S/cm, 0,1 μ S/cm, etc.)	⊗	⊗		
Constante de celda (valor o intervalo)	⊗	⊗	⊗	⊗
Celda			⊗	⊗

Nota.- La calificación de los requisitos esta sujeta a las características y modelo del equipo

ANEXO E: ESPECTROFOTÓMETROS DE ABSORCIÓN ATÓMICA

Calibración y verificación

La espectrofotometría de absorción atómica es una técnica de medición de magnitudes químicas de elementos químicos (análisis cuantitativo), cuyo principio: Es la medición de la radiación absorbida característica del elemento químico a medir, la medición se realiza al hacer incidir, sobre el elemento químico, una radiación proveniente de una fuente independiente de luz monocromática específica para el elemento a medir, la radiación absorbida se determina por diferencia, entre la radiación incidente y la transmitida. El cálculo de la medición de concentración de masa se basa en la Ley de Lambert y Beer.

Los espectrofotómetros de absorción atómica son equipos que requieren CALIBRACIÓN INTERNA y VERIFICACIÓN INTERNA antes del uso.

Trazabilidad

Sistema de medición	Instrumento, equipo y/o material volumétrico calibrado	Validación de método de medición	CEIMA CM	Trazabilidad			Estimación de la incertidumbre	Observaciones
				MRC/PR/EA	Método de referencia	Instrumento		
Espectrómetro de absorción atómica		⊗	CEIMA	⊗			⊗	Trazabilidad al MRC
MRC				⊗			⊗	
Pipeta volumétrica	Pipeta volumétrica		CM				⊗	
Micro pipeta	Micro pipeta		CM				⊗	
Matraz aforado	Matraz aforado		CM				⊗	
Balanza	Balanza		CM				⊗	

MRC=Material de Referencia Certificado; PR=Material de referencia; EA= Ensayos de aptitud

Calificación

Los requisitos para la calificación de un espectrofotómetro de absorción atómica pueden incluir pero no limitarse a:

Requisito	Calificación de diseño CD	Calificación de instalación CI	Calificación de operación CO	Calificación de desempeño CyD
Configuración del instrumento de Medición (Módulos y sus características, Hardware, Software, Consumibles,...)	⊗	⊗		
Especificaciones Técnicas (intervalo de la longitud de onda, límite de detección, sistema de extracción, etc.)	⊗	⊗	⊗	
Condiciones Instalaciones y condiciones ambientales apropiadas		⊗	⊗	
Exactitud de la longitud de onda	⊗	⊗	⊗	
Resolución	⊗		⊗	
Estabilidad de la línea base	⊗		⊗	
Concentración característica			⊗	⊗
Sensibilidad	⊗	⊗	⊗	⊗
Lámparas (fuentes de radiación)	⊗	⊗	⊗	
Flujo de gas			⊗	
Relación de gas			⊗	
Instalación Eléctrica		⊗	⊗	
Quemador, cámara de combustión, celda cuarzo	⊗	⊗	⊗	⊗
Deflector de flujo	⊗	⊗	⊗	

Nota .- La calificación de los requisitos esta sujeta a las características y modelo del equipo

ANEXO F: ESPECTROFOTÓMETROS DE EMISIÓN ATÓMICA CON PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE

Calibración y verificación

La espectrofotometría ICP-AES es una técnica de medición que utiliza el espectro emitido por los átomos libres o iones generados dentro de la fuente como un plasma acoplado inductivamente para la medición de magnitudes químicas[9] de elementos químicos. Es importante considerar que:

- La energía necesaria para que un electrón abandone un átomo es conocida como energía de ionización y es específica para cada elemento químico.
- Cuando un electrón se mueve de un nivel de energía a otro dentro del átomo, se produce la emisión de un fotón con energía E.
- Los átomos de un elemento emiten una línea espectral característica.
- La longitud de onda (λ) de una línea espectral es inversamente proporcional a la diferencia de energía que hay entre los niveles iniciales y finales involucrados en la transición de un electrón de un nivel energético a otro (ecuación de Planck)
- Los espectrofotómetros separan, ordenan y registran la longitud de onda de cada elemento químico a medir.
- Bajo condiciones idénticas en dos muestras idénticas la intensidad de luz emitida en una longitud de onda es proporcional a la concentración de masa.

La función respuesta es mediante materiales de referencia.

Los espectrofotómetros de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente son equipos que requieren CALIBRACIÓN INTERNA y VERIFICACIÓN INTERNA antes del uso.

Trazabilidad

Sistema de medición	Instrumento, equipo y/o material volumétrico calibrado	Validación de método de medición	CEIMA CM	Trazabilidad			Estimación de la incertidumbre	Observaciones
				MRC/PR/EA	Método de referencia	Instrumento		
Espectrómetro de emisión atómica acoplado inductivamente		⊗	CEIMA	⊗			⊗	Trazabilidad al MRC
MRC				⊗			⊗	
Pipeta volumétrica	Pipeta volumétrica		CM				⊗	
Matraz aforado	Matraz aforado		CM				⊗	
Pipeta volumétrica	Balanza		CM				⊗	

MRC=Material de Referencia Certificado; PR=Material de referencia; EA= Ensayos de aptitud

Calificación

Los requisitos para la calificación de un espectrofotómetro de emisión atómica acoplado inductivamente pueden incluir pero no limitarse a:

Requisito	Calificación de diseño CD	Calificación de instalación CI	Calificación de operación CO	Calificación de desempeño CyD
Configuración del instrumento de Medición (Módulos y sus características, Hardware, Software, Consumibles,...)	⊗	⊗		
Especificaciones Técnicas (intervalo de la longitud de onda, límite de detección, sistema de extracción, etc.)	⊗	⊗	⊗	
Instalaciones y condiciones ambientales		⊗	⊗	
Capacidad de medición simultánea, en el intervalo de	⊗	⊗	⊗	⊗
Exactitud de la longitud de onda, en el intervalo de trabajo	⊗	⊗	⊗	
Sensibilidad, límite de detección (LD) en base a las líneas principales del intervalo de trabajo	⊗	⊗	⊗	
Deriva, en base a intervalo de trabajo	⊗	⊗	⊗	
Resolución de longitud de onda	⊗	⊗	⊗	
Ruido del detector en base a intervalo de trabajo	⊗	⊗	⊗	
Velocidad de introducción de muestra	⊗		⊗	⊗
Linealidad de 30 a 200 ordenes de magnitud	⊗		⊗	⊗
Gases, especificaciones	⊗	⊗		⊗
Instalación eléctrica	⊗	⊗	⊗	
Antorcha	⊗			⊗
Fibra óptica	⊗			⊗
Nebulizador	⊗			⊗

Nota.- La calificación de los requisitos esta sujeta a las características y modelo del equipo

ANEXO G: ESPECTROFOTÓMETROS ULTRAVIOLETA VISIBLE

Calibración y verificación

La espectrofotometría Ultravioleta Visible es un método óptico de análisis, que tiene como principio de medición la absorción y o transmisión de la energía radiante emitida por una fuente de luz, que atraviesa una sustancia. El método es espectroscópico, por que se basa en la medida de la intensidad de la energía radiante. La región del espectro electromagnético que aplica Ultravioleta-Visibles va desde 10 hasta 780 nm. En estos equipos es necesaria una calibración tanto en las escalas fotométricas como en la escala de longitud de onda.

Los espectrofotómetros ultravioleta visible son equipos que pueden ser calibrados internamente por el laboratorio o externamente por un laboratorio acreditado para la calibración fotómetros y longitud de onda.

DISPOSICIÓN TRANSITORIA

La DTA aceptará como evidencia de calibración, transitoriamente, la presentación de curvas de calibración construidas con MR y verificadas internamente con MRC en la matriz y parámetro correspondiente.

Esta disposición se aplica también a equipos que utilizan energía radiante como principio de medición, por ejemplo::

- Colorímetros
- Turbidímetros
- Oxímetros

Trazabilidad

Sistema de medición	Instrumento, equipo y/o material volumétrico calibrado	Validación de método de medición	CEIMA CM	Trazabilidad			Estimación de la incertidumbre	Observaciones
				MRC/PR/EA	Método de referencia	Instrumento		
Espectrofotómetro UV-VIS		⊗	CEIMA	⊗			⊗	Trazabilidad al MRC
MRC				⊗			⊗	
Pipeta volumétrica	Pipeta volumétrica		CM				⊗	
Matraz aforado	Matraz aforado		CM				⊗	
Balanza	Balanza		CM				⊗	

MRC=Material de Referencia Certificado; PR=Material de referencia; EA= Ensayos de aptitud

Calificación

Los requisitos para la calificación de un espectrofotómetro UV-VIS pueden incluir pero no limitarse a:

Requisito	Calificación de diseño CD	Calificación de instalación CI	Calificación de operación CO	Calificación de desempeño CyD
Configuración del instrumento de Medición (Módulos y sus características, Hardware, Software, Consumibles,...)	⊗			
Especificaciones Técnicas (intervalo de la longitud de onda, límite de detección, sistema de extracción, etc.)	⊗	⊗	⊗	
Instalaciones y condiciones ambientales		⊗	⊗	

Cualquier copia impresa, electrónica o reproducción de este documento distribuye como COPIA NO CONTROLADA, se debe consultar a la DTA para verificar su vigencia.

Requisito	Calificación de diseño CD	Calificación de instalación CI	Calificación de operación CO	Calificación de desempeño CyD
Intervalo de longitud de onda	⊗	⊗	⊗	
Ancho de banda	⊗	⊗		
Alcance Fotométrico en absorbancia	⊗	⊗		
Reproducibilidad Fotométrica en un intervalo de absorbancia	⊗	⊗		
Exactitud fotométrica en un intervalo de absorbancia	⊗	⊗	⊗	⊗
Reproducibilidad de longitud de onda	⊗	⊗	⊗	⊗
Exactitud en longitud de onda	⊗	⊗	⊗	
Luz espúrea	⊗	⊗	⊗	⊗
Ruido	⊗	⊗		
Estabilidad fotométrica	⊗	⊗	⊗	⊗
Instalación eléctrica	⊗	⊗	⊗	
Fuentes de energía lámpara de tungsteno y deuterio	⊗	⊗	⊗	
Compartimiento y/o introducción de muestra	⊗	⊗	⊗	

Nota .- La calificación de los requisitos esta sujeta a las características y modelo del equipo

ANEXO H: pH-METROS

Calibración y verificación

Esta técnica de medición se fundamenta en la existencia de una diferencia de potencial entre las dos caras de una membrana de vidrio, expuestas a disoluciones acuosas que difieren en su valor de pH. En una primera aproximación, a temperatura constante, la magnitud de esta diferencia de potencial es directamente proporcional a la diferencia de pH entre dichas disoluciones.

En esta técnica de medición, se utiliza un electrodo de membrana de vidrio y un electrodo de referencia, o bien un electrodo combinado.

Debido a que los electrodos tienen un comportamiento imperfecto, es preciso calibrar el sistema de medición de pH con dos disoluciones patrón. Para ello, se sumergen los electrodos sucesivamente en dos disoluciones patrón de pH conocido, (P_1 y P_2), a la misma temperatura que la disolución problema y seleccionadas de forma que el pH esperado para la disolución problema, $pH(X)$, satisfaga la relación: $pH(P_1) < pH(X) < pH(P_2)$.

Son equipos muy inestables y siempre es necesario calibrarlos/verificarlos internamente por comparaciones con MRC..

Los pH-metros son equipos que requieren CALIBRACIÓN INTERNA y VERIFICACIÓN INTERNA antes del uso.

Trazabilidad

Sistema de medición	Instrumento, equipo y/o material volumétrico calibrado	Validación de método de medición	CEIMA CM	Trazabilidad			Estimación de la incertidumbre	Observaciones
				MRC/PR	Método de referencia	Instrumento		
Medidor de pH electrodo combinado	Medidor de pH electrodo combinado	⊗	CEIMA	⊗			⊗	Trazable al MRC
MRC				⊗			⊗	
Termómetro	Termómetro		CM				⊗	

MRC=Material de Referencia Certificado; PR=Material de referencia; EA= Ensayos de aptitud

Calificación

Los requisitos para la calificación de un pH metro pueden incluir pero no limitarse a:

Requisito	Calificación de diseño CD	Calificación de instalación CI	Calificación de operación CO	Calificación de desempeño CyD
Configuración del instrumento de Medición (Módulos y sus características, Hardware, Software, Consumibles,...)	⊗			
Especificaciones Técnicas	⊗	⊗	⊗	
Instalaciones y condiciones ambientales		⊗	⊗	
Inspección visual del electrodo (Altura de la disolución de relleno sobre la membrana)		⊗	⊗	⊗
Tiempo de respuesta del electrodo	⊗	⊗	⊗	⊗
Resolución	⊗	⊗		
Corrección automática de temperatura (de acuerdo a la ecuación de Nerst)	⊗	⊗	⊗	⊗
Sensibilidad (Relación entre la pendiente práctica de la curva de calibración y la teórica de la ecuación de Nerst)		⊗	⊗	⊗
Numero de puntos de calibración (al menos dos puntos dentro del rango de trabajo)			⊗	⊗

Requisito	Calificación de diseño CD	Calificación de instalación CI	Calificación de operación CO	Calificación de desempeño CyD
Puntos de Calibración libres (el usuario introduce el valor de referencia del MR o MRC para el control de calidad)	⊗	⊗	⊗	⊗
Estabilidad del sistema de medición en tres lecturas consecutivas			⊗	⊗
Limpieza (electrodo, etc.)				

Nota.- La calificación de los requisitos esta sujeta a las características y modelo del equipo

Apéndice A: Historial de revisiones del documento

<i>Fecha</i>	<i>Descripción</i>
2007-05-17	<i>Creación del documento</i>
2012-12-18	<i>Apartado 3 Se elimino "El cumplimiento del presente documento está a cargo del Responsable de Acreditación de Laboratorios de la DTA".</i> <i>Apartado 5.2 se actualizado la definición de calibración.</i>