

Implementación de un plan de verificación de material volumétrico en la Sección Química de la EEAOC (Tucumán, R. Argentina)

María E. Navarro*, Mariana E. Alva*, Norma I. Kamiya* y Roberto M. Ruiz*

RESUMEN

Se describe un plan de verificación de material volumétrico, y como ejemplo, un procedimiento para matraces aforados, de fácil realización, para garantizar la confiabilidad de los resultados de ensayos, asegurando además el cumplimiento con los requerimientos establecidos por el Instituto Argentino de Normalización y Certificación (IRAM) en su norma IRAM 301:2005 (ISO/IEC 17025:2005), aplicada a la acreditación de laboratorios de ensayos.

Palabras clave: ISO/IEC 17025:2005, incertidumbre, calibración.

ABSTRACT

Plan for volumetric material verification in Sección Química of EEAOC (Tucumán, R. Argentina)

A volumetric material verification plan which can be easily followed and an example of its practical application to the assessment of volumetric flasks are reported. The procedure would guarantee the reliability of analysis results, while ensuring that laboratories meet the requirements established by IRAM 301:2005 (ISO/IEC 17025:2005) standard.

Key words: ISO/IEC 17025:2005, uncertainty, calibration.

* Sección Química de Productos Agroindustriales, EEAOC. plaguicidas@eeaoc.org.ar

INTRODUCCIÓN

Las exigencias del mercado determinan, cada vez con mayor frecuencia, la necesidad de que los laboratorios posean un sistema que garantice la calidad de los resultados de los ensayos que en ellos se llevan a cabo. Cabe destacar que, con el fin de lograr la máxima exactitud, trazabilidad y confiabilidad de los resultados, la verificación del material volumétrico se convierte en un requerimiento muy importante dentro de este sistema.

El presente trabajo tiene por finalidad describir un plan de verificación de material volumétrico desarrollado en el Laboratorio de la Sección Química de la Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombres (EEAOC), que permita cumplir con lo establecido en la norma IRAM 301:2005 (ISO/IEC 17025:2005) en los puntos 5.5.2: Equipos y 5.6: Trazabilidad de las mediciones (IRAM, 2005).

A continuación, se detallan los pasos a seguir para llevar a cabo la implementación del mencionado plan, incluyendo además como ejemplo, todos los registros relacionados.

1- Inventario

En primer lugar, se realiza un inventario del material disponible (Tabla 1), a partir del cual se eligen los elementos a verificar, según la aplicación y la precisión exigida por el laboratorio. Al mismo tiempo, este inventario permite llevar un control del "stock", de manera que sea posible planificar compras futuras.

2- Elaboración del procedimiento técnico

Se elabora un procedimiento técnico (Muñoz y Burón, 2003), donde se explica cómo se realiza la verificación. En el caso de material volumétrico, este proceso se efectúa mediante control gravimétrico, teniendo en cuenta los factores que influyen en el mismo: temperaturas ambiente y del agua empleada, presión atmosférica, incertidumbre de la balanza y tipo de material.

3- Planificación

Se confecciona un programa anual de verificaciones (Tabla 2), en el que se registran los elementos a verificar y se establecen los períodos de verificación, de acuerdo a las exigencias que cada laboratorio crea conveniente.

Tabla 1. Planilla modelo de inventario.

Inventario de material volumétrico. Año 2008.				
Material	Volumen (ml)	Cantidad	Ubicación	Verificación
Probeta	5	5	Armario 3	NO
Erlenmeyer	250	27	Armario 2	NO
Pipeta	1	10	Cajón 2	SI
Matraz aforado	10	22	Armario 1	SI
Matraz aforado	100	15	Armario 1	SI

Tabla 2. Registro tipo de programa de verificaciones.

Programa de verificaciones									
Año 2008									
Identificación	Material volumétrico	Descripción	Frecuencia	Bimestre					
				1	2	3	4	5	6
Lote 0207	Pipetas clase A		Anual						X
Lote 0507	Matraces volumétricos clase A de 10ml		Anual						X
	Matraces volumétricos clase A >10ml		Cada dos años						X
T71247	Micropipeta automática 20-200 ul	Finnpipette / Color 4027	Anual					X	
342163911	Micropipeta automática 100-1000 ul	HTL	Anual					X	

Por ejemplo, en nuestro laboratorio se estableció que el material volumétrico se verifica antes de su puesta en uso y posteriormente, según frecuencia indicada en Tabla 2.

4- Verificación del material

Se aplica el procedimiento de calibración al material volumétrico en ensayo. En la Tabla 3 se muestra un ejemplo de planilla de verificación.

5- Análisis de los datos

Con los datos obtenidos, se realiza un informe de verificación (Figura 1) y se comparan los resultados con los criterios de aceptación establecidos por el laboratorio. Por ejemplo, el Laboratorio de la Sección Química de la EEAO establece lo siguiente para clasificar el material como aceptable:

- a) La incertidumbre expandida no debe ser mayor a un medio de la tolerancia admisible del material correspondiente.
- b) El sesgo debe ser menor o igual que la tolerancia especificada por el fabricante.

Si se sobrepasa alguno de estos valores, se debe volver a realizar la verificación. Si al repetir el ensayo el material sigue sin cumplir los requisitos preestablecidos, debe ser dado de baja en el inventario y ser segregado del material aceptado, o bien puede ser aceptado, pero estableciendo limitaciones para su uso. Tales limitaciones deberán constar en el informe y en el etiquetado del material.

6- Procedimiento técnico para verificación de matraces aforados

A continuación, se describe cómo se realiza la verificación de matraces aforados en nuestro laboratorio.

6.1- Objetivo y alcance

Describir las operaciones a realizar para la verificación de matraces aforados utilizados en el laboratorio.

6.2- Condiciones del ensayo

La temperatura ambiente durante el ensayo debe estar comprendida entre 15°C y 30°C, no debiendo variar en más de $\pm 0,5^\circ\text{C}$ (Muñoz y Burón, 2003).

El líquido de ensayo, recipientes, balanzas y material volumétrico deben atemperarse en el mismo recinto durante una hora como mínimo, a fin de que la temperatura se estabilice.

6.3- Limpieza del material

El material de vidrio debe estar perfectamente limpio para permitir un mojado uniforme de la superficie. Así, el agua se adherirá a las paredes o a la superficie del cristal como una película continua.

La limpieza del material de vidrio se realiza con detergente y luego se enjuaga con agua del grifo y con agua destilada. Para eliminar el agua, se debe enjuagar el material volumétrico con alcohol etílico puro; para eliminarlo, se realiza un último enjuague con acetona pura y finalmente, se deja secar el material a temperatura ambiente.

6.4- Equipos

Para realizar este ensayo se requieren los siguientes equipos:

- Balanza calibrada con resolución de:
 - 0,1 mg para volúmenes de hasta 100 ml.
 - 10 mg para volúmenes superiores a 100 ml.
- Barómetro calibrado: en caso de no disponer de uno, se puede conocer la presión a través del servicio meteorológico local.
- Termómetro calibrado: con resolución de $0,1^\circ\text{C}$.

6.5- Selección de los volúmenes a verificar

Los matraces aforados se verifican para el volumen nominal.

6.6- Verificación de matraces aforados

1) Deben quedar registrados los siguientes datos primarios generados en el ensayo:

- Fecha del ensayo.
- Denominación y código del material volumétrico.
- Código de los equipos auxiliares utilizados.
- Presión atmosférica.
- Temperatura del agua.

Tabla 3. Registro de datos obtenidos en la verificación.

Verificación año 2008

Fecha: 21/10/08

Temp. ambiente: 22,6 °C

Código termómetro ambiente: TDL_02

Presión atmosf.: 959,4 (hPa)

Código termómetro del agua: TER_31

Analista: Marcela Mira Roldán

Denominación del material: matraces aforados lote 0507

Volumen	Identificación	Matraz vacío	Peso 1 (temp.)	Peso 2 (temp.)	Peso 3 (temp.)
10	CC98842	10,8674	20,7976 (21,2)	20,7973 (21,0)	20,8029 (21,3)
10	CD00521	11,2735	21,2237 (21,3)	21,2483 (21,4)	21,2363 (21,5)
10	CC98937	10,9723	20,9111 (21,5)	20,9116 (21,2)	20,9038 (21,4)

Informe de verificación				
Técnica utilizada: QINS 761_04 Verificación de material volumétrico Fecha de verificación: 21/10/2008				
Características del material volumétrico				
Descripción:	Matraz aforado	Código:	CD00521	
Capacidad (ml):	10	Lote:	0507	
Material:	Borosilicato			
Datos del Ensayo				
Balanza utilizada:	BAL_10			
Incert. de la balanza (/B):	0,0007			
Temp. ambiente (°C):	22,6	Termómetro:	TDL_02	
P. atmosférica (h Pa):	959,4	Termómetro:	TER_31	
	Peso matraz	Temp agua (°C)	Z (ml/g)	Volumen real (ml)
Vacío	11,2735			
Final 1	21,2237	21,3	1,00311	9,9811
Final 2	21,2483	21,4	1,00311	10,0058
Final 3	21,2363	21,5	1,00311	9,9936
Resultados				
Volumen real promedio (ml): 9,9936 Incertidumbre expandida: +/- 0,0143 Sesgo (ml): -0,01 Tolerancia (ml): +/- 0,02				
Análisis de datos				
Sesgo < Tolerancia ✓ Incertidumbre = ½ Tolerancia ✗				
Observación: no cumple con los requisitos. El matraz se da de baja y se saca del "stock".				
Analista			Jefe de laboratorio	

Figura 1. Informe de verificación de material volumétrico.

- Temperatura ambiente.
- Persona que realiza el ensayo.

2) Determinar y registrar el peso vacío de la cristalería seca (W_2).

3) Llenar la cristalería con agua destilada/ desionizada hasta aproximadamente 5 mm por debajo de la marca del aforo. Si hay gotas en la pared arriba del nivel del agua, secarlas con una varilla de vidrio envuelta en papel absorbente.

4) Colocar el matraz en una superficie nivelada.

5) Ajustar el menisco de manera precisa hasta la marca del aforo, agregando líquido con una pipeta o gotero. El punto más bajo del menisco debe quedar alineado con el borde superior de la marca. Tomar lectura con el ojo al mismo nivel del menisco.

6) Pesar el matraz lleno y registrar el peso (W_1).

7) Vaciar el matraz.

8) Repetir los pasos 3 a 7 dos veces más.

9) Con los datos obtenidos, se realizan los cálculos detallados en el siguiente punto.

6.7- Cálculos

-Volumen real a 20°C:

$$V_R = (W_1 - W_2) \times Z$$

Donde:

V_R = volumen real a 20°C (ml).

W_2 = peso inicial (g).

W_1 = peso final (g).

Z = factor de corrección (ml/g).

Nota: El valor Z puede ser obtenido de tablas, usando la temperatura y presión atmosférica al momento en que la cristalería fue calibrada (Brand, 2009).

El valor Z es esencialmente una función de:

a) La densidad del aire en relación a la temperatura y humedad relativa.

b) La densidad del agua en relación a la temperatura.

c) El coeficiente de expansión cúbica de la cristalería volumétrica en relación a su material (borosilicato o soda cal).

-Promedio:

Con los tres datos de V_R se calcula el volumen real promedio ($\bar{V}$).

-Sesgo:

$$E = \bar{V} - V_{\text{Nominal}}$$

Donde:

E = sesgo.

$\bar{V}$ = volumen promedio.

V_{Nominal} = volumen teórico.

-Incertidumbre:

De la ecuación de volumen real (V_R), se deducen las siguientes fuentes de incertidumbre:

a) Incertidumbre debida al peso del agua:

-Repetibilidad de las pesadas realizadas (Schmid y Lazos Martínez, 2004).

$$S = \sqrt{\frac{\sum (V_R - \bar{V})^2}{n-1}}$$

$$u_S = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

Donde:

S = desviación estándar.

u_S = incertidumbre de repetibilidad.

n = número de repeticiones con que se realizó en el ensayo.

-Incertidumbre de la balanza.

$$u_B = \frac{U_B}{K}$$

u_B = incertidumbre global de la balanza.

U_B = incertidumbre expandida de la balanza.

K = factor de cobertura. Aparece en el certificado de calibración y generalmente es 2.

La incertidumbre de la balanza se debe contar dos veces, una por el peso inicial (W_2) y otra por el peso final (W_1).

Por lo tanto, teniendo en cuenta estas dos contribuciones, la incertidumbre debida al peso del agua sería:

$$u_m = \left(\sqrt{(u_S)^2 + 2 \times (u_B)^2} \right)$$

b) Incertidumbre debida al factor Z :

Donde:

$$u_Z = \frac{Z_{\text{máx}} - Z_{\text{mín}}}{2\sqrt{3}}$$

$Z_{\text{máx}}$ y $Z_{\text{mín}}$ = valores extremos de Z en función de la diferencia de temperatura y presión a lo largo del ensayo.

c) Incertidumbre global:

Donde:

$$\frac{u_V}{\bar{V}} = \sqrt{\left(\frac{u_m}{\bar{m}} \right)^2 + \left(\frac{u_Z}{\bar{Z}} \right)^2}$$

u_V = incertidumbre global.

$\bar{m}$ = promedio de las pesadas.

$\bar{Z}$ = promedio de los valores máximos y mínimos del factor Z .

d) Incertidumbre expandida:

$$U = K \times u_v$$

Donde:

u_v = incertidumbre global.

U = incertidumbre expandida.

BIBLIOGRAFÍA CITADA

Brand. 2009. Blaubrand. Aparatos volumétricos y picnómetros. Instrucciones de calibrado (SOP). [En línea]. Disponible en http://www.brand.de/fileadmin/user/pdf/SOPs/sop_bbs.pdf. (consultado 19

noviembre 2010).

Instituto Argentino de Normalización y Certificación (IRAM). 2005. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayos y de calibración. IRAM 301 - ISO/IEC 17025. 4. ed. Argentina.

Muñoz, M. y C. Burón. 2003. Procedimiento para la calibración de material volumétrico. II IBEROLAB [En línea]. Disponible en <http://www.iberolab.org/opencms/opencms/congreso/iberolabII2003/index.html> (consultado 19 noviembre 2010).

Schmid, W. A. y R. J. Lazos Martínez. 2004. Guía para estimar la incertidumbre de la medición. CENAM. Rev. 1. El Marqués, Querétaro, México.