



# Metrología en Química Y Trazabilidad

Adriana Rosso  
Directora técnica  
INTI-Ambiente

25 octubre 2011



Porqué hacemos metrología?

Comparabilidad de los resultados

Redes Nacionales de Laboratorio



## ¿Porqué la Metrología?

Necesidad de:

- Un sistema global, medida universal, basado en las constantes de la naturaleza
- Al servicio del mundo entero
- Consejos para evitar errores innecesarios y malentendidos
- Ahorro de materias primas, energía, vidas, naturaleza y dinero
- Fomentar el comercio, la innovación, productos confiables (Industrial y agrícola)
- Funcionamiento global de servicios (telecomunicaciones, navegación, transporte, banca)
- La mejora de la calidad de vida
- Consejos para evitar una costosa duplicación de trabajo



## ¿ Por qué la Metrología?

El objetivo es la comparabilidad global de las mediciones y de los resultados de ensayos

-Resultados de medición trazables a las mismas referencias estables a largo plazo

-Resultados de medición creíbles, reconocidos y aceptados a nivel mundial

**Una vez medido o ensayado, aceptado en todas partes**



## Ambitos de acción que necesitan de la Metrología

- La producción industrial (componentes y piezas producidas en otro momento en otro lugar del mundo deben encajar)
- Servicios a nivel mundial (por ejemplo, banca)
- Innovación
- Comercio (comercio justo, mercados internos)
- Acuerdos comerciales
- Acuerdos de acreditación

**Una vez medido o probado, aceptado en todas partes**



## Ambitos de acción que necesitan de la Metrología

### Sociedad

- Medio ambiente y cambio climático
- Asistencia sanitaria
- Alimentos (seguridad y valor nutricional)
- Los medicamentos y productos Fármacos
- Lucha contra el dopaje
- Actividad biológica, microbiología

### Autoridades Regulatorias

- Forense
- Seguridad
- Sanitarias

**Un sistema de medición, menos errores**



Ejemplos de asuntos cruciales para la sociedad con enormes consecuencias económicas para el comercio y la industria.

### Ambiente

- aire limpio, contaminantes en suelos y agua
- comercio bonos de carbono CO<sub>2</sub>

### Cuidado de la salud

- tratamiento apropiado a los pacientes
- comercio de indicadores de diagnóstico, fármacos, análisis y costos de seguros



## Ejemplos de asuntos cruciales para la sociedad con enormes consecuencias económicas para el comercio y la industria

### Análisis de alimentos

- ensayos de seguridad alimentaria
- comercio de alimentos

### Anti-doping

- juego limpio, deportistas saludables
- ingresos por el deporte



## Comparabilidad metrológica de los resultados de medida

Los **resultados de medida**, para magnitudes de una naturaleza dada, son **comparables** si son metrológicamente trazables a la misma referencia.

EJEMPLO Los resultados de medida de las distancias entre la Tierra y la Luna y entre París y Londres son metrológicamente comparables si son metrológicamente trazables a la misma **unidad de medida**, por ejemplo, el metro.

El concepto se vincula al de **trazabilidad metrológica**.

La comparabilidad metrológica no requiere que los **valores medidos** y las **incertidumbres de medición** asociadas sean del mismo orden de magnitud.



## Establecimiento de la comparabilidad a través de Trazabilidad

### Trazabilidad metrológica

- La trazabilidad al SI o a otro sistema de referencia acordado a nivel internacional

(Por ejemplo, la dureza, el pH, la OMS Unidades Internacionales)

- Los valores de medición deben ser mundialmente reconocidos, confiables y comparables, con una incertidumbre de medida declarada, trazables a estándares de medición estables (Veracidad=trueness)

- Aplicable a todos los ámbitos de las mediciones y ensayos



## Trazabilidad

### trazabilidad **metrológica**

propiedad de un **resultado de medida** por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de **calibraciones**, cada una de las cuales contribuye a la **incertidumbre de medida**

NOTA 1 – En esta definición, la referencia puede ser la definición de una **unidad de medida**, mediante una realización práctica, un **procedimiento de medida** que incluya la unidad de medida cuando se trate de una **magnitud no ordinal**, o un **patrón**.

NOTA 2 – La trazabilidad metrológica requiere una **jerarquía de calibración** establecida.



## Trazabilidad

NOTA 3 – La especificación de la referencia debe incluir la fecha en la cual se utilizó dicha referencia, junto con cualquier otra información metrológica relevante sobre la referencia, tal como la fecha en que se haya realizado la primera calibración en la jerarquía.

NOTA 4 – Para **mediciones** con más de una **magnitud de entrada** en el **modelo de medición**, cada valor de entrada debiera ser metrológicamente trazable y la jerarquía de calibración puede tener forma de estructura ramificada o de red. El esfuerzo realizado para establecer la trazabilidad metrológica de cada valor de entrada debería ser en proporción a su contribución relativa al **resultado de la medición**.



## Trazabilidad

NOTA 5 – La trazabilidad metrológica de un resultado de medida no garantiza por si misma la adecuación de la incertidumbre de medida a un fin dado, o la ausencia de errores humanos.

NOTA 6 – La comparación entre dos patrones de medida puede considerarse como una calibración si ésta se utiliza para comprobar, y si procede, corregir el **valor** y la incertidumbre atribuidos a uno de los patrones.



## Trazabilidad

NOTA 7 – La ILAC, International Laboratory Accreditation Cooperation, considera que los elementos necesarios para confirmar la trazabilidad metrológica son: una cadena de trazabilidad metrológica ininterrumpida a un **patrón internacional** o a un **patrón nacional**, una incertidumbre de medida documentada, un procedimiento de medida documentado, una competencia técnica reconocida, la trazabilidad metrológica al SI y los intervalos entre calibraciones (véase ILAC P-10:2002).



## Trazabilidad

NOTA 8 – Algunas veces el término abreviado “trazabilidad” se utiliza en lugar de “trazabilidad metrológica” así como para otros conceptos, como trazabilidad de una muestra, de un documento, de un instrumento, de un material, etc., cuando interviene el historial (“traza”) del elemento en cuestión. Por tanto, es preferible utilizar el término completo “trazabilidad metrológica” para evitar confusión.



## ¿Porqué exigir la trazabilidad metrológica?

Porque existen fuerzas impulsores dentro del ámbito regulado y voluntario:

- Requisitos comerciales de la OMC
- Cumplimiento de la normativa (ej: diagnóstico in-vitro, la seguridad alimentaria, el control de la contaminación)
- Etiquetado nutricional (vitaminas, aminoácidos y sódico, la grasa, los OGM, la cafeína, aditivos, pigmentos)
- Clasificación arancelaria y aduaneros (grasa de manteca, azúcar, cafeína, las grasas en la leche, la proteína en la carne)
- la legislación REACH de la UE
- Acreditación y certificación
- Prevención de las distorsiones del mercado en un mercado único
- Los acuerdos comerciales internacionales (OMC y bilaterales)



## ¿Porqué exigir la trazabilidad metrológica?

- Medidas sanitarias y fitosanitarias que garantizan la calidad y seguridad de los productos con respecto a la inocuidad de los alimentos, sanidad animal y vegetal
  - FAO / OMS del Codex Alimentarius (seguridad alimentaria)
  - Oficina Internacional de Epizootias - OIE (salud animal)
  - Oficina Internacional de Protección Fitosanitaria - CIPF (sanidad vegetal)
  - Las compañías productoras de alimentos (declaraciones de los proveedores de conformidad, por ejemplo, sobre la base de Análisis de Riesgos y Puntos Críticos de Control - HACCP, ISO 9001, ISO 14001)



## ¿Porqué exigir la trazabilidad metrológica?

- Farmacopeas (USP, EDQM, JP, etc)
- Agencia Mundial Antidoping - AMA
- ISO, Organismo de Normalización
- Evaluación de la Conformidad y Acreditación de Laboratorios (acuerdos ILAC International Laboratory Accreditation Cooperation, por ejemplo, basado en la norma ISO 17025, 15189, 15195, AMA, etc)
- OMM Vigilancia Atmosférica Global, el cambio climático
- JCTLM. Comité Mixto sobre Trazabilidad en Laboratorios Clínicos

Debemos garantizar la trazabilidad y conocer la incertidumbre de medición



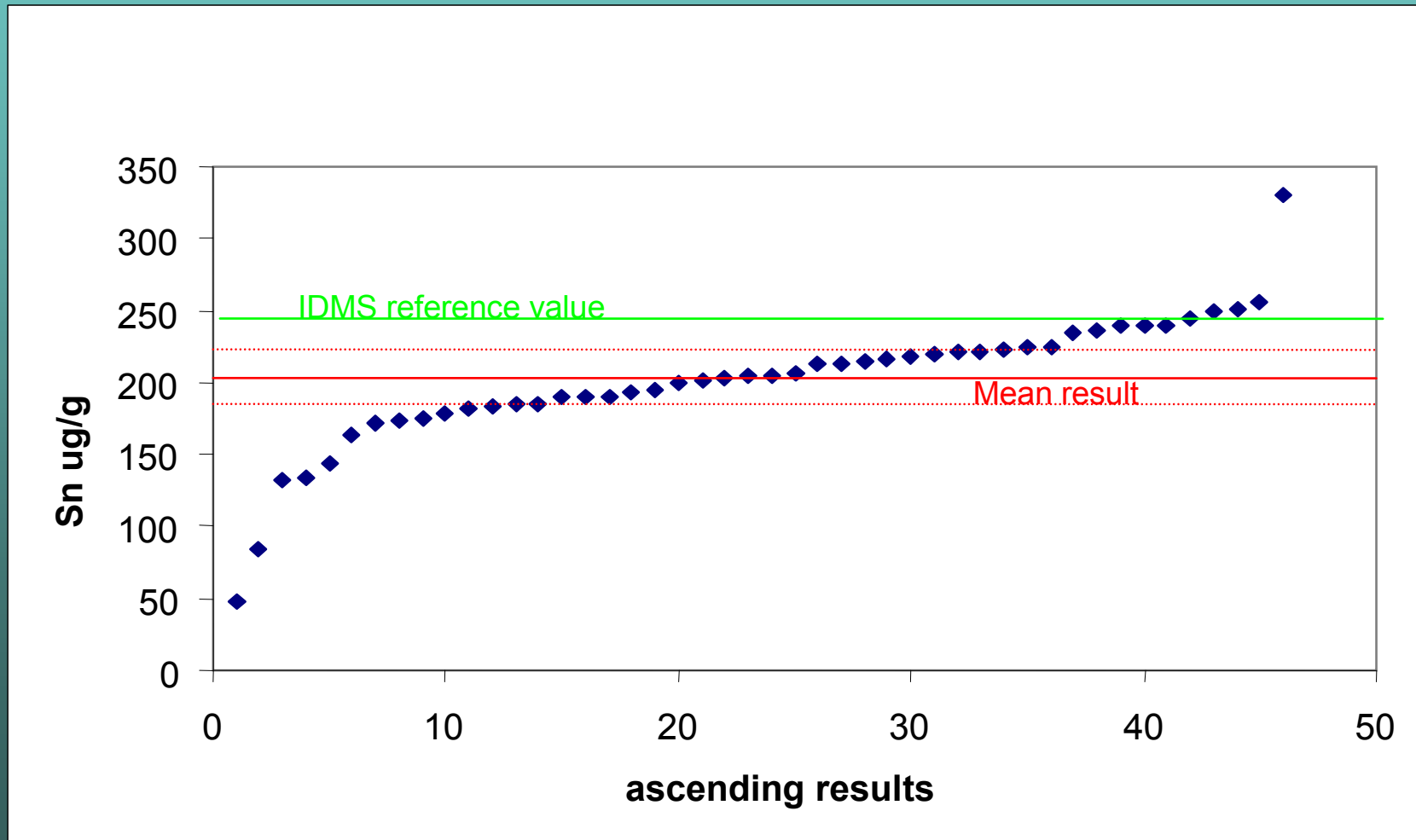
## Ejemplo: necesidad de mediciones confiables en el ámbito de seguridad alimentaria

Existencia de informes de las exportaciones de alimentos rechazados por los países importadores por la no aceptación de los informes de ensayo o debido a diferencias en los resultados,

- Miel y carne de vacuno procedente de Argentina
- Vino y peces provenientes de Chile
- Pescado de Kenia, Tanzania, Uganda, Noruega
- Los medicamentos y suplementos dietéticos de China
- OMG productos modificados
- Pollo de Tailandia



# Experiencia FAPAS, enero de 2004 Análisis de los Alimentos de Evaluación del Desempeño (Reino Unido Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación) FAPAS Round 0738: Sn en pure de tomate





## Experiencia FAPAS, enero de 2004 Análisis de los Alimentos de Evaluación del Desempeño (Reino Unido Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación)

Estaño en el puré de tomate

Si se toma como valor asignado

-El valor de referencia para el estaño, que se obtiene mediante ICP-IDMS, : 60% de los participantes obtuvieron satisfactoria z-score

-Si se toma el valor de consenso: el 72% de los participantes obtuvieron satisfactoria z-score



## El reconocimiento internacional de medición y de los resultados de los ensayos implica:

- Necesidad de mediciones y resultados de ensayos confiables, comparables y trazables
  - Llevados a cabo por laboratorios de medición y ensayo creíbles, confiables
  - Resultados reconocidos y aceptados mundialmente
  - Se requiere un sistema transparente de acreditación y / o evaluación por pares (ISO / IEC 17025:2005)
  - Conforme a las regulaciones
  - Para ser utilizado por los reguladores
- Una vez medido o ensayado, aceptados en todas partes***



## Dificultades que deben ser resueltas

- Mesurando no muy bien definidos, por ejemplo, moléculas no definidas en una matriz indefinida
- Resultados dependientes de los métodos
- Criterios para la Validación de métodos



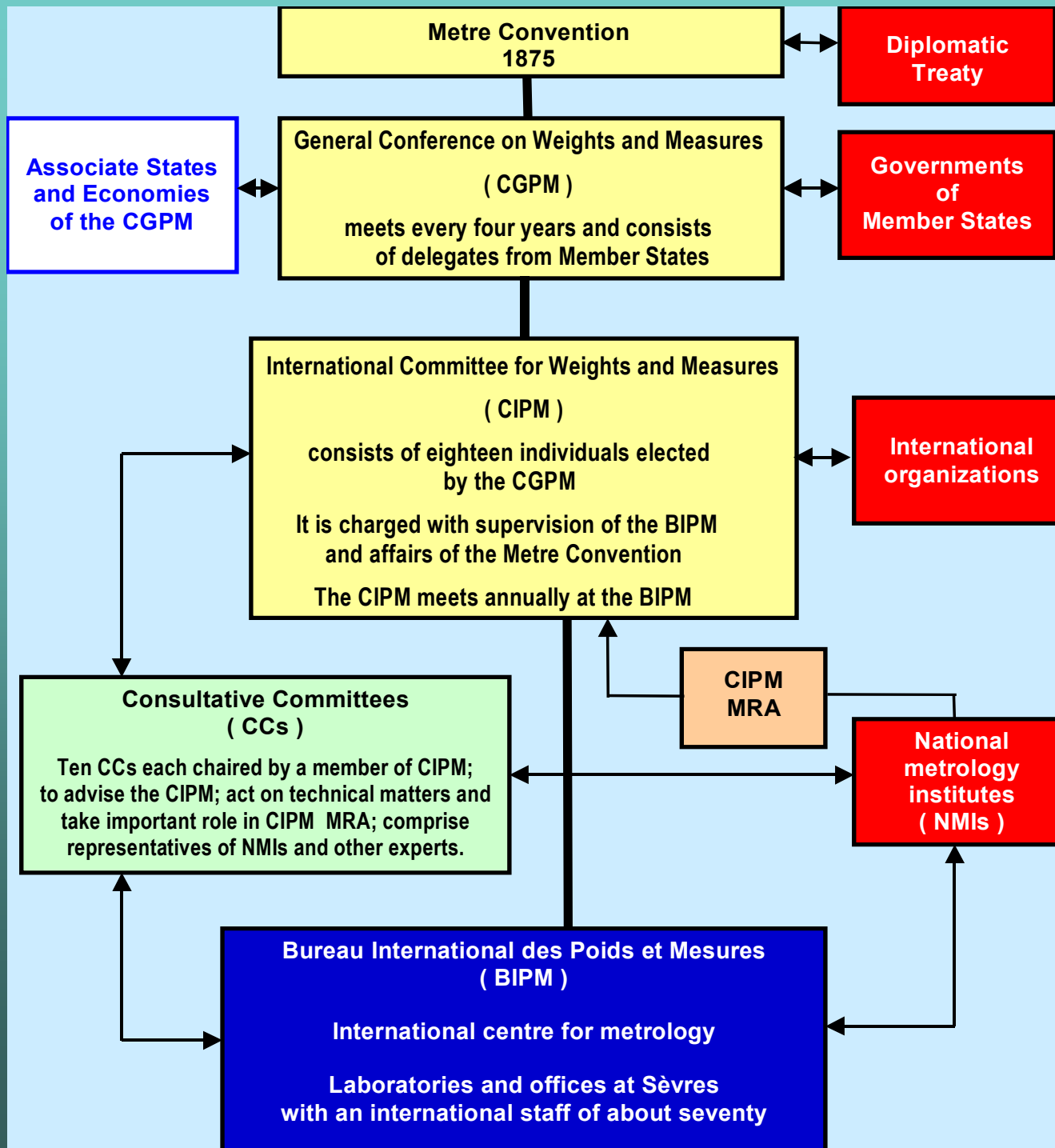
## Otras dificultades que deben ser resueltas

- Conmutabilidad de los materiales de referencia certificados, CRM (Certified reference material)#
- Unidades de Bio actividad, por ejemplo, que se expresa en katal
- Resultados de pH, dureza, etc no trazables al SI
- Biomoléculas activas, por ejemplo, trazables a la unidades Internacionales OMS
- Para nuevas tecnologías de medición, definir cantidades, unidades?!



## Herramientas para establecer, demostrar y reconocer la comparabilidad en todo el mundo a través de la trazabilidad

- Tratado Intergubernamental de la "La convención del metro", fundado en 1875
- 51 Estados miembros y 30 países asociados (05 2006)
- 10 Comités Consultivos
- Oficina Internacional (BIPM) en Sèvres, Francia
- La coordinación y representación de los Institutos Nacionales de Metrología (NMI's) a nivel mundial





## MRA- Acuerdo de Reconocimiento Mutuo - Conferencia Internacional de Pesas y Medidas

- Reconocimiento mutuo de los patrones nacionales de medida y de los certificados de calibración y medición expedidos por NMI (Institutos Nacional de Metrología) y otros institutos designados
- Firmado por un gran número de NMI (unos 180), y otros organismos designados en calidad de NMI para determinadas cantidades e intervalos de medida( unos 75 )



## MRA- Acuerdo de Reconocimiento Mutuo - Conferencia Internacional de Pesas y Medidas

- Sustentado por los resultados de las comparaciones: Key (clave), suplementarias y bilaterales (Apéndice B)
- Implementación de un Sistema de calidad conforme con la norma ISO / IEC 17025 y la Guía ISO 34
- Evaluación del sistema de calidad mediante análisis del RMO (Organismo Regional de Metrología Ej:SIM en América):Revisión por pares
- Revisión regional e inter-regional de las capacidades de medición declaradas.\*\*\*\*\*



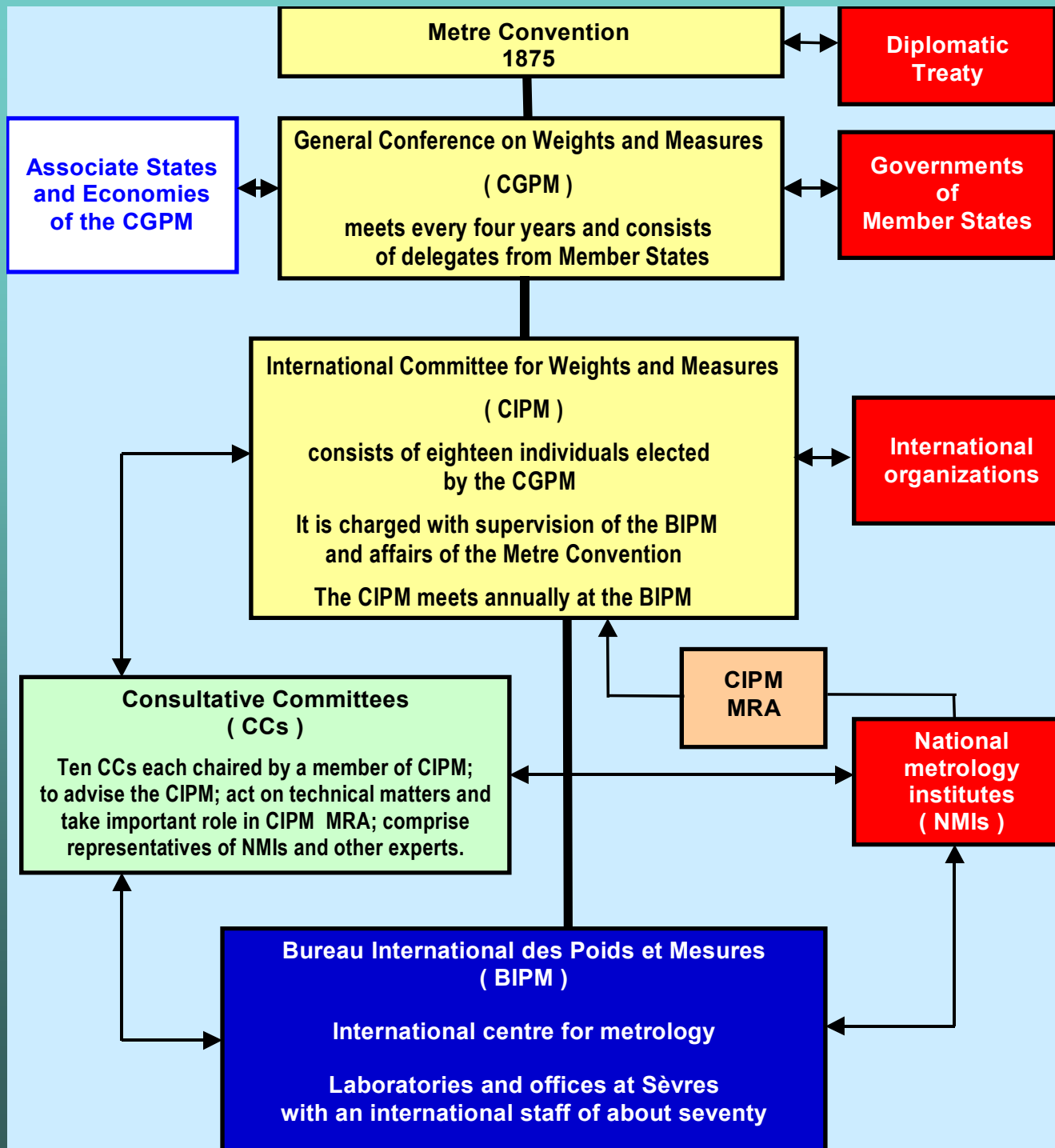
## En el Appendice C del CIPM MRA

- Se publican los servicios de calibración y medición de los NMIs y otros institutos designados
  - \* capacidades de calibración/medición declaradas
  - \* CRM (materiales de referencia certificados) entregados o vendidos a los clientes
  
- Base de datos de las Comparaciones Claves (Key comparisons) - KCDB (key comparisons data base) en [www.bipm.org / kcdb](http://www.bipm.org/kcdb)



## Comité Consultivo de Cantidad de Materia - CCQM - Metrología en Química

- Establecido por el CIPM en 1993
- Más de 35 miembros y organizaciones observadoras (NMI, institutos designados y otros)
- reuniones anuales de la sesión plenaria CCQM, al que asisten unos 70 representantes
- 7 grupos de trabajo, la mayoría de ellos se reúne dos veces al año y al que asistieron unos 200 expertos de NMI y otros institutos de expertos





## Comité Consultivo de Cantidad de Materia CCQM - Metrología en Química

Desde 1993 se ha producido un considerable aumento del número de relaciones con las organizaciones intergubernamentales e internacionales, como la OMM, OMS, IFCC, JCTLM, el OIEA, ISO REMCO, la IUPAC CITAC, Comisión del Codex Alimentario, ILAC, la AMA (Agencia Mundial Antidoping), USP, EDQM, IAFS (Asociación Internacional de Ciencias Forenses), ENFSI (Red Europea de Institutos de Ciencias Forenses), etc



## CCQM Metrología en Química

Áreas definidas de principal interés

- Salud (marcadores de diagnóstico clínico)
- Alimentación (pesticidas, toxinas, agua potable)
- Medio ambiente (agua, aire, calentamiento global, contaminantes en el suelo)
- Materiales avanzados (semiconductores, aleaciones, plásticos)
- Productos básicos (petróleo, cemento, metales preciosos, el contenido de alcohol)\*\*\*\*



## CCQM

Areas definidas de principal interés

- Forense (drogas, explosivos, análisis del aliento, el ADN)
- Farmacéutica
- Bio-tecnología (OMG, el análisis de ADN y la cuantificación, las proteínas)
- Aplicaciones analíticas generales (pureza, pH, conductividad electrolítica, patrones isotópicos)
- El análisis de superficie ( $\text{SiO}_2$  de espesor de la película Si, Bo en Si, porosimetría)





## CCQM

### CCQM OAWG Grupo de trabajo en Química orgánica

- Alimentos
- Cuidado de la Salud
- Anti-doping (WADA)
- Química Forense
- Ambiente



## CCQM

### CCQM IAWG Grupo de trabajo en Química Inorgánica

- Las mismas áreas que química orgánica
- Metales
- Sulfuros y mercurio en combustibles
- Soluciones de calibración
- Análisis de (im)purezas



## CCQM

### CCQM GAWG Grupo de trabajo de análisis de gases

- Todas las áreas del análisis de gas incluyendo:
- Gas natural
- Gases especiales para electrónica /IT industria
- Cuidado para la salud
- Ambiente (WMO Global Atmospheric Watch Programme)
- Humedad en mezclas de gases



## CCQM

### CCQM EAWG Grupo de trabajo en electroquímica

- pH
- Conductividad electrolítica
- Coulombimetría
- Soporte de las otras áreas de medición interés:
- Fármacos
- Ambiente y cambio climático
- Análisis de pureza



## CCQM

### CCQM Grupo de trabajo en Bio Analysis

- DNA, RNA
- Proteínas (en cooperation con el grupo de orgánica)
- Discusion de nuevos desarrollos que incluyan células genómicas, proteómicas
- Programa de proteínas trazable al SI
- Principal interés en mediciones de bio actividad, microbiología (también relacionados con alimentos)
- Pharmacopeia (USP, JP, EDQM)
- Input desde el National Institute for Biological Standards and Control (NIBSC, Dependiente de la OMS)



## CCQM

CCQM SAWG Grupo de trabajo en *Análisis de Superficie*

- Si-dioxide láminas, N en láminas de hierro, carbon en precipitados de hierro
- Láminas finas de estaño
- Porosimetría
- Metrología de materiales



## CCQM

### CCQM Grupo de Trabajo sobre las Comparaciones Clave y Calidad de las CMC

- Se reúne justo antes de las reuniones de abril discute las cuestiones pendientes sobre la homologación de CMC
- Fomenta la armonización de los criterios de juicio CMC
- Determina la información adicional necesaria, cuando no hay resultados de las comparaciones clave
- Informes de revisión periódicos



## Comparabilidad a través de Trazabilidad en Química

### Trazabilidad metrológica

- La trazabilidad al SI o a otro de referencia acordados a nivel internacional (Por ejemplo, la dureza, el pH, Unidades Internacionales de la OMS)
- Los valores de medición Mundialmente reconocidos, confiables y comparables con una incertidumbre de medida declarada
- Aplicable a todos los ámbitos de las mediciones y ensayos



## Establecimiento de una red nacional creíble, confiable, reconocida para la difusión de la trazabilidad

Nivel superior que cooperan en la Convención del Metro  
- NMI y de otros institutos designados

Segundo nivel de laboratorios de calibración

Laboratorios acreditados y los productores de CRM en el  
marco del Acuerdo ILAC

- Trazables al NMI o a institutos designados en el marco  
del CIPM MRA

- Capaz de asignar valores a material de referencia "in-  
house"

- Responsables de la entrega de materiales de referencia  
certificados

Tercer nivel de laboratorios de "campo"



## Ejemplo: Establecimiento de una red nacional creíble, confiable, reconocida para la difusión de la trazabilidad: Europa-Alimentos

De nivel superior que cooperan en la Convención del Metro  
- NMI y de otros institutos designados

Segundo nivel de (acreditado) los laboratorios regionales de referencia en los campos definidos  
- laboratorios de referencia de la UE para la inocuidad de los alimentos



## Establecimiento de una red nacional creíble, confiable, reconocida para la difusión de la trazabilidad Europa-Alimentos

Tercer nivel de (acreditados) los laboratorios nacionales de referencia en los campos definidos

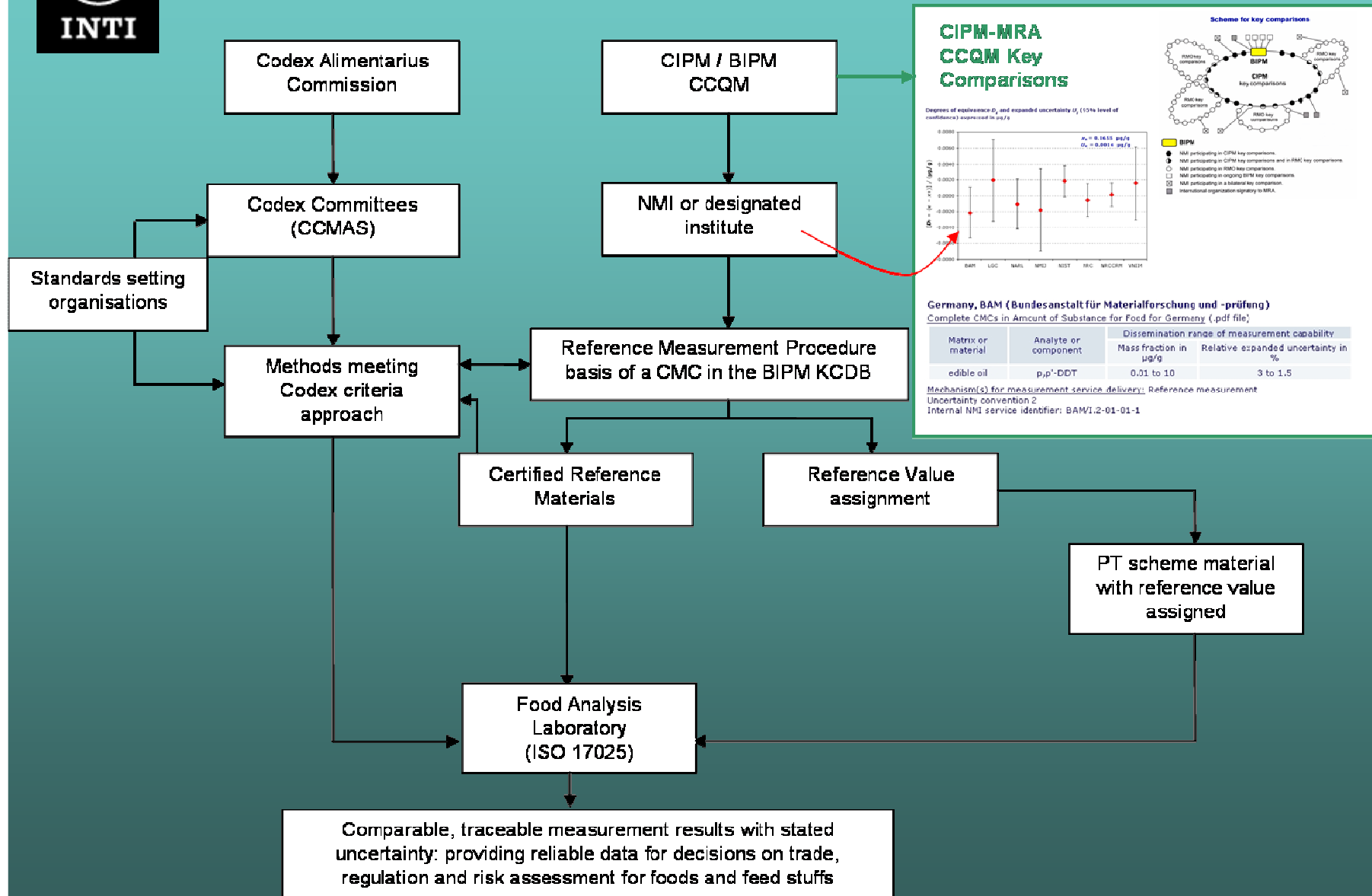
- Los laboratorios nacionales de referencia para la seguridad alimentaria propuesto por las autoridades nacionales

Cuarto nivel de laboratorios "campo"

- Laboratorios de alimentos e industriales independientes de ensayo (acreditados y no acreditados)



# Vinculación con el CODEX



**CIPM-MRA CCQM Key Comparisons**

Degrees of equivalence  $D_e$  and expanded uncertainty  $U$  (10% level of confidence) expressed in  $\mu\text{g/g}$

**Scheme for key comparisons**

Germany, BAM (Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung)  
Complete CMCs in Amount of Substance for Food for Germany (pdf file)

Matrix or material	Analyte or component	Dissemination range of measurement capability Mass fraction in $\mu\text{g/g}$	Relative expanded uncertainty in %
edible oil	p,p'-DDT	0.01 to 10	3 to 1,5

Mechanism(s) for measurement service delivery: Reference measurement  
Uncertainty convention 2  
Internal NMI service identifier: BAM/1.2-01-01-1



## Recomendaciones a nivel nacional

Estrecha cooperación entre:

Instituto Metrológico Nacional NMI

Organismo Nacional de acreditación

Organismo Nacional de normalización

Las asociaciones nacionales de laboratorio

Proveedores de PT, ensayos de aptitud (transmiten valores de referencia trazables)

Reguladores / ministerios. Reguladores específicos del sector



## Recomendaciones a nivel nacional

- Involucrar las organizaciones profesionales específicas
- Desarrollar instalaciones de calibración del NMI
- Designar sector específico de expertos.
- Crear/Designar laboratorios de referencia
- Coordinar y organizar talleres para los interesados
- Cooperar a nivel internacional (APMP / EUROMET / SIM, CCQM) y compartir el trabajo



## Conclusión

Necesidad de comparabilidad a través de la trazabilidad al SI u otros acuerdos internacionales

Necesidad de cooperación del NMI y de otros institutos designados con todas las partes interesadas

Necesidad de cooperación internacional

Coordinación entre el trabajo del TCQM RMO (comité evaluador de Calidad) y el CCQM en virtud del Tratado Intergubernamental de la Convención "Metro"

Reconocimiento internacional de las capacidades y competencias y la aceptación de los resultados del CIPM

MRA



## Fuentes para la preparación de la presentación:

-Metrology in Chemistry, new challenges underpinning trade, industry and the quality of life, Robert Kaarls Secretary CIPM President CCQM, INTI, ILSI, Buenos Aires, 22 May 2006

-VIM, Vocabulario internacional de Metrología-Conceptos Fundamentales y generales, y términos asociados, Comité conjunto para las guías en Metrología, JCGM:2008, versión en español.



Gracias !!!!