

Requisitos sobre Trazabilidad Metrológica, Evaluación y Expresión de Incertidumbres de Medición.

1. OBJETO

Establecer los criterios de trazabilidad metrológica y para la evaluación y la expresión de la incertidumbre de medición que deben seguir las mediciones y calibraciones realizadas por laboratorios SAC.

2. ALCANCE

Los criterios establecidos en este documento son de aplicación a todas las calibraciones/mediciones realizadas por los laboratorios pertenecientes a la Red SAC dentro del alcance bajo supervisión.

3. DOCUMENTOS NORMATIVOS Y DE REFERENCIA

- VIM, Vocabulario Internacional de Metrología- conceptos básicos generales y términos asociados (JCGM 200: 2012)
- ISO / IEC 17025 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y de calibración.
- Norma IRAM-ISO 17034 Requisitos Generales para la Competencia de los Productores de Materiales de Referencia.
- Trazabilidad para el CIPM-MRA (CIPM 2009-24):
http://www.bipm.org/cc/CIPM/Allowed/98/CIPM2009_24_TRAC_MRA_REV_13_OCT_2009.pdf
- Recomendaciones Sobre Intervalos de calibración, Asociación Española para la Calidad (AEC), 1998.
- Guía para la determinación de los intervalos de calibración para los instrumentos de medición
https://www.oiml.org/en/files/pdf_d/d010-e07.pdf
- Simposio de Metrología 2004, "Determinación de Intervalos de Calibración"
<https://www.cenam.mx/simposio2004/memorias/TA-011.pdf>
- GUM (JCGM 100), "Guía para la expresión de la incertidumbre en la medición"
<http://www.iso.org/sites/JCGM/GUM-JCGM100.htm>
- GUM S1 (JCGM 101) Suplemento 1 de la "Guía para la expresión de la incertidumbre en la medición" - Propagación de distribuciones por medio de un método de Monte Carlo
http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_101_2008_E.pdf
- Guía Eurachem "Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas"
https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1_ES.pdf

4. TÉRMINOS, DEFINICIONES Y ABREVIATURAS.

A los términos y abreviaturas utilizados en este procedimiento que se encuentran definidos en el punto 3 del Reglamento de funcionamiento General se agregan:

Incertidumbre de medición: (VIM 2.26): parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, basado en la información utilizada.

Trazabilidad metrológica: (VIM 2.41) propiedad de un resultado de medición por el 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 medición.

Material de Referencia Certificado (MRC): (VIM 5.14) material de referencia acompañado por la documentación emitida por un organismo autorizado, que proporciona uno o varios valores de propiedades específicas, con incertidumbres y trazabilidades asociadas, empleando procedimientos válidos.

Material de Referencia (MR): (VIM 5.13) material suficientemente homogéneo y estable con respecto a propiedades especificadas, establecido como apto para su uso previsto en una medición o en un examen de propiedades cualitativas

5- RESPONSABILIDADES

La Dirección Técnica de los Laboratorios SAC es responsable del cumplimiento de estos criterios. Los auditores designados por la STS son responsables de verificar el cumplimiento de estos criterios por parte de los laboratorios. La STS es responsable de asistir a los laboratorios en caso de ser necesario.

6- REQUISITOS DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA

Los laboratorios pertenecientes a la Red SAC deben asegurar la trazabilidad metrológica de las mediciones críticas, dentro del alcance supervisado, a través de las calibraciones de los instrumentos o sistemas de medición que se utilicen. Dichas calibraciones son realizadas con una frecuencia apropiada, y por laboratorios competentes.

Estos requisitos son aplicables a todas las mediciones realizadas por los laboratorios de la Red SAC, tanto en servicios de calibración y medición para usuarios externos, como en áreas internas.

MEDICIONES CRÍTICAS

Se consideran mediciones críticas todas aquellas que puedan afectar la validez o calidad de un resultado emitido, y/o todas aquellas que tengan efecto significativo en la incertidumbre de las mediciones asociadas, independientemente de si la misma es o no informada.

Cuando una medición sea considerada por el Laboratorio como No Crítica, deberá disponer de todas las evidencias que correspondan a los efectos de fundamentar dicha consideración (por ejemplo, influencia de la incertidumbre como consecuencia del análisis realizado).

FRECUENCIA APROPIADA

La frecuencia apropiada de calibración de los instrumentos se define considerando criterios metrologicos pertinentes, para lo cual se podrán consultar la documentación indicada en el punto 3.

Una frecuencia establecida inicialmente se puede revisar analizando los resultados de las calibraciones subsiguientes para el mismo instrumento o tipo de familia de instrumentos.

REGISTRO DE CALIBRACIONES

Los resultados de las calibraciones se documentan por medio de certificados de calibración o por otros medios apropiados.

LABORATORIOS DE CALIBRACIÓN COMPETENTES

Los siguientes proveedores de calibraciones son reconocidos por el INTI-SAC como competentes

- El INTI, Instituto Nacional de Tecnología Industrial,

El INTI, como Instituto Nacional de Metrología de la República Argentina, es responsable de realizar, mantener y diseminar los patrones de medida en el país. Por lo tanto, sus calibraciones se consideran evidencia válida de trazabilidad. Además, es firmante del Acuerdo de Reconocimiento Mutuo de Patrones Nacionales de Medida y Certificados de Calibración y de Medición emitidos por los Institutos Nacionales de Metrología (CIPM-MRA) y la mayoría de sus capacidades de medición se encuentran reconocidas internacionalmente, según consta en el Apéndice C del Acuerdo.

- Otros Institutos de Metrología, firmantes del acuerdo de Reconocimiento Mutuo cuyas Capacidades de Medición y Calibración (CMC) se encuentren en el Apéndice C del Acuerdo.

- Los Laboratorios pertenecientes a la Red SAC, son laboratorios supervisados en forma continua por el INTI. Como tales, cuentan con el reconocimiento formal de su competencia.
- Laboratorios acreditados por el OAA (Organismo Argentino de Acreditación) u Organismos de Acreditación reconocidos por el ILAC (International Laboratory Accreditation Cooperation).
- En caso de que las opciones anteriores no resulten técnicas u operativamente posibles, el laboratorio deberá consultar a la STS sobre el servicio de otros laboratorios.

7- CRITERIOS DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA EN MEDICIONES QUÍMICAS Y BIOQUÍMICAS

En este contexto, la unidad de la magnitud base correspondiente al SI es el mol. Al material de referencia utilizado en Metrología Química como fuente de trazabilidad se le llama patrón de cantidad de sustancia (o cantidad de materia) debido a que tiene la función esencial de servir como comparación para determinar el valor de la cantidad de sustancia en la cadena de trazabilidad metrológica.

JERARQUÍA DE UTILIZACIÓN DE MRC

- MRCs producidos por el INTI o por otros INM reconocidos por el CIPM-MRA
- Materiales de referencia certificados por INMs a través de pruebas inter-laboratoriales
- Materiales de referencia producidos por proveedores acreditados por la norma IRAM 455
- Materiales de referencia producidos por proveedores pertenecientes a organismos de referencia reconocidos con valores de pureza informados
- Proveedores comerciales reconocidos

El laboratorio debe definir el tipo de material de referencia necesario para sus mediciones seleccionando los mismos del listado anterior por orden de prioridad.

El laboratorio debe evaluar los MRC/MR y demostrar por medio de sus correspondientes validaciones de método y cálculo de incertidumbre, que la selección realizada es adecuada para el uso previsto.

8- REQUISITOS PARA LA EVALUACIÓN Y EXPRESIÓN DE INCERTIDUMBRES DE MEDICIÓN

EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

Todos los laboratorios de la Red SAC deben incluir dentro de cada procedimiento de calibración/medición un instructivo (o referencia a él), sobre la metodología implementada para la determinación de la incertidumbre asociada. Esto implica definir, cuando corresponde, el método de medición, las contribuciones a la incertidumbre, como cuantificarlas, y de qué modo se informa la incertidumbre asociada al resultado de calibración/medición. Se recomienda utilizar, la documentación indicada en el punto 3.

Siempre que sea posible, el laboratorio debe elaborar y conservar, para cada tipo de calibración / medición una planilla de contribuciones a la incertidumbre (o Balance de Incertidumbre, o Presupuesto de Incertidumbre, o Uncertainty Budget, VIM 2.33) que incluya los componentes de incertidumbre que han sido considerados, cómo han sido cuantificados, y el modo de combinación de los mismos. La planilla debe contener valores numéricos típicos para cada tipo y rango de calibración/medición. Si del análisis de dichas planillas se evidencia que algunos componentes no son significativos en el resultado, dichos componentes pueden ser descartados del cálculo de rutina.

EXPRESIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN CERTIFICADOS DE CALIBRACIÓN/MEDICIÓN

La incertidumbre de medición es parte esencial del resultado de la calibración/medición, y en tal sentido, debe ser informada.

Todos los certificados emitidos por los laboratorios pertenecientes a la red SAC, tanto de calibración como de medición deben contener la incertidumbre expandida asociada a los resultados numéricos informados.

En el caso de tener que evaluar el cumplimiento de una especificación se debe tener en cuenta la incertidumbre de medición. O sea, la misma será considerada cumplida sólo si los resultados de medición, extendidos por sus incertidumbres expandidas, verifican íntegramente la especificación requerida.

A continuación, se indican algunas pautas a seguir para informar las incertidumbres

NIVEL DE CONFIANZA

Al expresar la incertidumbre expandida informada, se declara el nivel de confianza asociado. Por ejemplo, pueden utilizarse frases como:

“La incertidumbre de medición expandida informada fue calculada multiplicando la incertidumbre estándar combinada por un factor de cobertura $k=2$, lo que corresponde a un nivel aproximado de confianza del 95% bajo distribución....”

- Cuando sea relevante, se deberá informar la metodología utilizada para la estimación de la incertidumbre de medición.
- La definición de incertidumbre citada en el punto 4 refiere a la misma como “parámetro no negativo...”. En consecuencia, debe omitirse el signo \pm al informar la incertidumbre expandida.

Por ejemplo, la siguiente tabla puede ser parte de un certificado de calibración de un juego de pesas, en que se informan, para cada valor nominal de masa (VN) los errores convencionales encontrados (E) con sus incertidumbres asociadas (U), y las clases de exactitud alcanzadas.

VN / Kg	E / mg	U / mg	Clase
1	0,3	1,5	F1
2	3,2	2,5	F1
5	-4,5	8,0	F1
10	-22	15	F1

En otros casos, las incertidumbres no son informadas en forma separada sino conformando un intervalo, centrado en la estimación del mesurando, y con un determinado nivel de confianza asociado.

Aquí la inclusión del signo \pm es razonable para representar la extensión de dicho intervalo. Por ejemplo, el informe de una medición química puede incluir una expresión como la siguiente:

Concentración de Zinc: 0,339 mg/L \pm 0,023 mg/L (intervalo de 95% confianza).

- Al informar los resultados, se recomienda expresar la incertidumbre con, a lo sumo, dos dígitos significativos, y redondear las estimaciones de los mesurando para hacerlos consistentes con sus incertidumbres. Por ejemplo, para la expresión del resultado de medición de una resistencia eléctrica pueden aplicarse las siguientes opciones

10,06 $\Omega \pm 0,03 \Omega$, o bien

10,058 $\Omega \pm 0,027 \Omega$, o bien

10,058 $\Omega \pm 27 \text{ m}\Omega$