

## CÓMO SELECCIONAR MATERIALES DE REFERENCIA (CERTIFICADOS)

*Los materiales de referencia (MR) y los materiales de referencia certificados (MRC) son limitados, caros en ocasiones y no siempre apropiados para todos los propósitos en un proceso de medición.*

*La presente nota de aplicación tiene por objeto que los usuarios finales se familiaricen con la selección de los MR(C) adecuados, contribuyendo así a un uso correcto de los mismos.*

**Autor:** Giovanni Emma

Comisión Europea - Centro Común de Investigación

Retieseweg 111, 2440 Geel, Bélgica

Correo electrónico:

[giovanni.emma@ec.europa.eu](mailto:giovanni.emma@ec.europa.eu)

### INTRODUCCIÓN

La disponibilidad de materiales de referencia (MR) o materiales de referencia certificados (MRC) no es muy elevada debido al número limitado de productores de materiales de referencia. Además, un MR(C) dado únicamente puede utilizarse para un solo propósito en una medición específica y siempre debe comprobarse su idoneidad. Esto explica por qué el proceso de selección de un material de referencia (certificado) es difícil y a veces requiere hacer concesiones.

No obstante, existen varias directrices para facilitar esta elección y la presente nota de aplicación trata de destacarlas. Pueden resumirse en los tres pasos siguientes:

1. Definir el uso previsto del MR(C)
2. Revisar toda la información disponible
3. Verificar la disponibilidad del MR(C) seleccionado en su región.

### 1. DEFINIR EL USO PREVISTO DEL MR(C)

Los MR o MRC pueden utilizarse con varios fines en un proceso de medición, como por ejemplo la calibración y el establecimiento de la trazabilidad metrológica, la validación de los métodos (veracidad y precisión), el control de la calidad y la asignación de valores a otros materiales.

Por consiguiente, el primer paso en la selección de un MR(C) es identificar el uso previsto, especialmente porque no todos los materiales son apropiados para cada una de las distintas aplicaciones. Las cuestiones clave son la definición del mensurando, el valor cuantitativo con su incertidumbre y trazabilidad y el tipo de material (matriz o sustancia pura).

#### **Definición del mensurando**

Mientras que algunos mensurandos se definen estructuralmente (el plomo es plomo), otros se definen mediante un método específico (por ejemplo, la actividad enzimática medida a través del procedimiento de referencia de la IFCC a 37 °C; resistencia al impacto del acero medida conforme a la norma ISO-148). La forma en que se define el mensurando se describe en el

documento que acompaña al MR(C). La definición del mensurando en el MR(C) debe coincidir con la definición del método para el que se debe utilizar el MR(C).

#### **Valor cuantitativo, incertidumbre y trazabilidad**

Las normas para los sistemas de calidad de los laboratorios, como la ISO/IEC 17025 o la ISO 15189, exigen que los resultados de las mediciones sean trazables metrológicamente. Para el establecimiento de la trazabilidad metrológica, es necesario que un MRC disponga de una declaración relativa a la trazabilidad metrológica. La declaración incluye la definición de la identidad (el mensurando) y el valor cuantitativo. Esto vincula el MRC a una norma metrológica, que podría ser el Sistema Internacional de Unidades (SI) o cualquier otra escala convencional (escalas arbitrarias basadas en valores asignados de MRC establecidos en especificaciones de normas, recomendaciones internacionales u otros documentos de referencia).

Una vez verificado que el MRC es adecuado para el uso previsto, es importante verificar que el valor cuantitativo y su incertidumbre son los deseados. El valor cuantitativo debe situarse dentro del intervalo de trabajo del método y su incertidumbre ajustarse al propósito para el que se utilizará el MRC. Conviene tener en cuenta en todo momento que la incertidumbre del MRC se incluirá en la incertidumbre final del resultado obtenido mediante ese método. Por lo tanto, si el MRC se utiliza para aplicaciones como la calibración, la asignación de valores a otros materiales o la evaluación de la veracidad, la incertidumbre debería ser lo más pequeña posible o idealmente menor que cualquier otra contribución a la incertidumbre. Para otras aplicaciones, como la evaluación de la precisión o el control de calidad, basta con disponer de un MR(C) con suficiente homogeneidad.

## **MR(C) de sustancias puras o matriciales**

Para la calibración de la etapa de medición de un método o para asignar valores a otros materiales (prácticas generalizadas que incluyen métodos de preparación de calibradores), normalmente se utiliza un MRC de sustancias puras. Las sustancias puras se caracterizan por su pureza química y otras propiedades físicas. En ocasiones es necesario un MRC matricial para ciertas técnicas, como la XRF o la ICP-AES. Esto ocurre cuando la matriz tiene un impacto durante el proceso de medición de los analitos.

Para otros fines, como la validación de métodos (evaluación de la veracidad y la precisión) y el control de la calidad, se necesitan valores certificados trazables metrológicamente. Para evitar romper la cadena de trazabilidad, en la mayoría de las operaciones, la opción preferida es un MRC matricial. Lo ideal sería que el alcance del método utilizado incluyera la matriz del MRC. Si no es así, existen varias herramientas para guiar a los usuarios finales en la identificación de un MRC correcto. Una de ellas es el triángulo grasas-proteínas-carbohidratos de la AOAC, que puede utilizarse para evaluar la similitud de distintos MRC matriciales alimentarios (Wolf y Andrews 1995; Philips et al., 2013).

## **2. REVISAR TODA LA INFORMACIÓN DISPONIBLE**

El segundo paso en la selección de un MR(C) es comprobar toda la información disponible. La información sobre la incertidumbre del MRC, la estabilidad del MR(C), la declaración de trazabilidad, la garantía de calidad, el proceso de producción, las mediciones y el tratamiento de los datos debe incluirse en el certificado del MR(C), en el informe de certificación o en ambos.

Toda la información notificada es esencial y debe revisarse con atención antes de adquirir cualquier MR(C).

La incertidumbre final del MRC debe haberse calculado siguiendo la Guía para la expresión de la incertidumbre de medida – GUM (Guía ISO/IEC 98-3), tal como se prevé en la Guía ISO 35. Este documento también proporciona orientación específica para los estudios de homogeneidad, estabilidad y caracterización durante la certificación de MR(C).

La estabilidad es un parámetro importante que hay que tener en cuenta si el MR(C) se va a utilizar con fines de control de calidad, como por ejemplo gráficos de control, ya que en este caso los materiales se utilizan durante un período de tiempo más extenso.

La declaración de trazabilidad debe haberse notificado claramente y debe permitir a los usuarios finales identificar la definición de identidad y el valor cuantitativo del MRC en cuestión.

La información de garantía de calidad debe permitir a los usuarios finales verificar que un productor de MR competente ha fabricado el MR(C). Según la norma ISO/CEI 17025, la acreditación del productor de MR con arreglo a la norma ISO 17034 (la norma que establece los requisitos para la competencia de los productores de materiales de referencia) se considera una prueba de competencia. En el caso de los productores no acreditados, se debe obtener una prueba adicional, de al menos adhesión a la norma ISO 17034, para que los usuarios finales puedan hacer su valoración del sistema de calidad del fabricante.

Por último, los detalles del proceso de producción, así como de las mediciones y el tratamiento de los datos, deben ser transparentes, ya que pueden influir en la elección del material.

## **3. VERIFICAR LA DISPONIBILIDAD EN LA REGIÓN**

El último paso importante en la selección de un MR(C) es verificar la disponibilidad en la región. Este aspecto debe verificarse siempre con el productor del material de referencia o el distribuidor local. Algunos materiales, en particular los producidos a partir de organismos modificados genéticamente o ganado, podrían estar restringidos en determinados países o ser bloqueados en las aduanas en condiciones de almacenamiento poco idóneas.

## **DÓNDE ENCONTRAR MATERIALES DE REFERENCIA (CERTIFICADOS)**

Los MR o MRC se pueden encontrar en:

- Catálogos de productores de materiales de referencia, por ejemplo <https://crm.jrc.ec.europa.eu>
- Catálogos de distribuidores de productos químicos
- Bases de datos en línea, por ejemplo [www.comar.bam.de](http://www.comar.bam.de)

## RESUMEN

El siguiente cuadro ofrece una visión general sobre las propiedades de los MR que se requieren para las distintas aplicaciones de un MR:

	Calibración del método	Validación del método: veracidad	Validación del método: precisión	Control de calidad rutinario	Asignación de valores a otros materiales
Definición del mensurando	Igual que para el método utilizado	Igual que para el método utilizado	No es relevante <sup>1)</sup>	No es relevante <sup>1)</sup>	Igual que para el método utilizado
Valor cuantitativo	Dentro del intervalo de trabajo del método	Dentro del intervalo de trabajo del método	Dentro del intervalo de trabajo del método	Dentro del intervalo de trabajo del método	Dentro del intervalo de trabajo del método
Incertidumbre	Valor más bajo posible	Idealmente menor que otras contribuciones a la incertidumbre	Homogeneidad mejor que la variación entre distintas series	Homogeneidad mejor que la variación entre distintas series	Valor más bajo posible
Trazabilidad del valor asignado	Igual que para el método utilizado	Igual que para el método utilizado	No es relevante <sup>1)</sup>	No es relevante <sup>1)</sup>	Igual que para el método utilizado
Matriz	Sustancia pura MR matricial	MR matricial	MR matricial	MR matricial	Sustancia pura MR matricial
¿Se requiere MRC o basta con MR no certificado?	Se requiere MRC	Se requiere MRC	Basta con MR no certificado, MRC posible	Basta con MR no certificado, MRC posible	Se requiere MRC
¿Disponibilidad de certificado o ficha informativa del producto?	Esencial	Esencial	Conveniente	Conveniente	Esencial
¿Disponibilidad de otra información?	Muy útil	Muy útil	Muy útil	Muy útil	Muy útil

<sup>1)</sup> La base de la comparación en el control de calidad rutinario y la evaluación de la precisión es comparar el valor medio obtenido por el laboratorio. Por lo tanto, la definición y la trazabilidad de los posibles valores presentados por el productor del MR no son relevantes.

## REFERENCIAS - LECTURAS ADICIONALES

Guía ISO 33:2015, Materiales de referencia. Buenas prácticas en el uso de los materiales de referencia, Organización Internacional de Normalización, Ginebra, Suiza

ISO/IEC 17025:2017, Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, Organización Internacional de Normalización, Ginebra, Suiza

ISO 15189:2012, Laboratorios clínicos. Requisitos particulares para la calidad y la competencia, Organización Internacional de Normalización, Ginebra, Suiza

W. R. Wolf y K. W. Andrews, A system for defining reference materials applicable to all food matrices. *Fresen J Anal Chem* (1995) 352:73-76

M. M. Phillips et al., Standard reference materials for food analysis. *Anal Bioanal Chem* (2013) 405:4325-4335

ISO/IEC Guía 98-3, Incertidumbre de medida. Parte 3: Guía para la expresión de la incertidumbre de medida (GUM:1995), Organización Internacional de Normalización, Ginebra, Suiza

ISO Guide 35:2017, Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability, Organización Internacional de Normalización, Ginebra, Suiza

ISO 17034:2016, Requisitos generales para la competencia de los productores de materiales de referencia, Organización Internacional de Normalización, Ginebra, Suiza

J. S. Kane, The Use of Reference Materials: A Tutorial. *Geostand Geoanal Res* (2001) 25:7-22