

Uso de materiales y certificados ERM

December 2008

Author: Thomas Linsinger

European Commission - Joint Research Centre
Institute for Reference Materials and

Measurements (IRMM)

Retieseweg 111, 2440 Geel, Belgium

Email: thomas.linsinger@ec.europa.eu

www.erm-crm.org

La presente nota de aplicación describe una serie de aspectos prácticos relacionados con el manejo y el uso de materiales de referencia certificados (CRMs, por sus siglas en inglés) en laboratorios. Asimismo, se explican los diferentes valores que se facilitan en un certificado, la reutilización de materiales, la aplicación de corrección de humedad y la interpretación de la declaración de trazabilidad.

INTRODUCCIÓN

Es necesario comprender la información suministrada en los certificados de material de referencia y usar estos materiales de manera correcta para así obtener el máximo beneficio. La presente nota de aplicación explica los términos básicos utilizados en los certificados ERM y orienta en el manejo práctico de materiales.

TÉRMINOS DEL CERTIFICADO

Tipos de valores asignados

Se asignan tres categorías de valores para los materiales de referencia con la marca ERM.

Los valores certificados obtienen los máximos estándares de fiabilidad. Son rastreables a referencias indicadas y acompañadas por una declaración de incertidumbre expandida compatible GUM (Guía ISO 98 "Guía para la expresión de la incertidumbre de medida") válida para toda la vida útil del ERM-CRM.

Los valores indicativos no están certificados bien por una incertidumbre mayor que la necesaria para el uso previsto o por una variedad insuficiente de métodos utilizados en la clasificación. Así pues, la información no es apta para certificación en la precisión necesaria para valores certificados.

La información de material adicional se corresponde con valores creados durante el ejercicio de certificación y son normalmente el resultado de un sólo método, e indican el orden de magnitud, en lugar de un valor preciso.

En resumen, los valores certificados son aquellos a los que el cuerpo certificador otorga una mayor precisión, mientras que los valores indicativos muestran mayores incertidumbres y/o no cuentan con una declaración de trazabilidad. Esta jerarquía de fiabilidad se demuestra con el hecho de que únicamente los valores certificados aparecen en la primera página del certificado. Se puede deducir que los valores certificados están más protegidos que los indicativos, que, por su parte, están más protegidos que la información de material adicional.

Declaración de trazabilidad metrológica

Los valores certificados e indicativos vienen acompañados de una declaración de trazabilidad. Estas declaraciones identifican el mesurando sin ningún tipo de ambigüedad, así como la trazabilidad de los valores asignados a dicho mesurando (véase también la política ERM sobre trazabilidad en www.erm-crm.org). Dicha información aparece en uno o dos pies de página en los mesurandos o valores certificados e indicativos (véanse figuras 1 y 2). Existen las siguientes alternativas:

Los mesurandos pueden definirse estructuralmente ("racionales"), como para el cadmio total o la ocratoxina Ahratoxina A, o proceduralmente ("empíricos"), como para la fibra dietética, el cadmio extraíble o la dureza de impacto, los cuales se definen por medio de protocolos de medición específicos.

Para los mesurandos definidos estructuralmente, los principios ERM son más estrictos que los que aparecen en la Guía ISO 34 y 35, y necesitan disponibilidad de resultados obtenidos a partir de al menos dos métodos totalmente independientes o una confirmación de resultados por medio de métodos de medición primarios de un método independiente para demostrar la ausencia de cualquier tendencia de método de valores asignados.

Los valores asignados a los mesurandos pueden concordar con el Sistema Internacional de Unidades (SI) o con un artefacto (escalas empíricas). En el primer caso, todos los factores de insumo se calibran con estándares cuyos valores corresponden al SI, mientras que en los demás casos se utilizan estándares arbitrarios en, por lo menos, un paso de la calibración (p.ej., preparación de referencia primaria en química clínica de la Organización Mundial de la Salud, Estándar del agua oceánica media de Viena (VSMOV, por sus siglas en inglés) para desplazamiento químico).

ERM® - AD452/IFCC		
GAMMA-GLUTAMYLTRANSFERASE		
	Certified value ¹	Uncertainty ²
Catalytic concentration	114.1 U/L	2.4 U/L
in reconstituted material	1.90 µkat/L	0.04 µkat/L
1) This value is the unweighted mean of 12 sets of results, independently obtained from 12 laboratories. It is traceable to the IFCC primary reference method at 37 °C. The material must be reconstituted according to the specified procedure (see below). Values were converted from U/L into µkat/L by multiplication with 0.01667.		

Figura 1: Declaración de trazabilidad de ERM-AD452/IFCC. El mesurando se define procedualmente y se da por hecho la calibración adecuada de todos los factores de insumo.

En certificados ERM previos, esta información se combinaba en un solo pie de página (Figura 1). Desde la adopción de la política de trazabilidad ERM ordinaria, dicha información aparece en sendos pies de página, uno relacionado con la identidad del mismo mesurando, y el otro, especificando la trazabilidad de los valores asignados al mismo.

Entrada de muestra mínima

Todo material es intrínsecamente heterogéneo. La cantidad mínima de material representativa de toda la unidad (botella, frasco, etc.) se define como la entrada de muestra mínima (Figura 2). El valor certificado y su incertidumbre no pueden garantizarse para submuestras menores que la entrada de muestra mínima.

Fecha de caducidad

Los productores de materiales de referencia garantizan la integridad del material y la validez del certificado durante un período de tiempo específico, conocido como vida útil, a condición de que no se abra el material y se almacene siguiendo las condiciones de almacenamiento recomendadas. Esto no implica que el usuario deba desechar la muestra que no ha sido usada una vez que el período de vida útil haya finalizado; sin embargo, el productor no puede garantizar su estabilidad una vez superado dicho período. Los usuarios pueden seguir utilizando el material bajo su responsabilidad si existe constancia adicional de estabilidad (p.ej., no hay cambios en los cuadros de control de calidad, comparación con otros materiales); sin embargo, el certificado de material no será válido.

ERM® - BC367		
RAPESEED (COLZA)		
Parameter	Certified value ¹	Uncertainty
Total glucosinolate (GSL)	99 mmol/kg	9 mmol/kg
Sulphur	10.3 g/kg	0.5 g/kg
1) The certified values for both GSL and S are the unweighted mean of the means of the accepted sets (GSL and 7 for S). The values are traceable to SI. 2) Estimated expanded uncertainty U with a coverage factor $k = 2$, corresponding to a level of confidence of 95% as defined in the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), ISO, 1995. Uncertainty arising from characterisation as well as from homogeneity and stability assessment were taken into consideration.		
This certificate is valid for one year after purchase. Sales date: The minimum sample intake is: - 500 mg for total glucosinolate (GSL) determination, - 20 g for sulphur calibration by XRF (preparation of discs), - 200 mg for sulphur determination after digestion.		

Figura 2: La vida útil y la entrada de muestra mínima aparecen marcadas en azul y verde, respectivamente.

El productor puede aumentar la vida útil si se dispone de información adicional de la estabilidad. Sin embargo, esto hace referencia únicamente a las muestras recién adquiridas y no a las muestras distribuidas antes de la extensión de la vida útil original.

Instrucciones de uso

Las instrucciones de uso aportan una descripción detallada para cada material. Dichas descripciones pueden hacer referencia a corrección de masa seca (Figura 3), procedimiento de reconstrucción, almacenamiento del material, etc. Si no se siguen estas instrucciones, los valores asignados no se considerarán válidos.

INSTRUCTIONS FOR USE

The sample can be used as it is from the bottle. Before a bottle is opened, it should be shaken manually for 5 min so that the material is re-homogenised. The correction to dry mass should be made on a separate portion of 100 mg which should be dried in an oven at 102 °C for 3-4 h until constant mass is attained. The recommended minimum sample intake is 500 mg.

Figura 3: Definición de la corrección de masa seca para ERM-CE477. Compruebe las diferentes entradas de muestra recomendadas para la corrección de masa seca y mesurandos certificados (en este caso, butilinos), que reflejan distintos grados de homogeneidad para humedad y butilinos.

CUESTIONES DE MANEJO

Método de medición

El método de medición debe determinar el mismo mesurando descrito en el certificado. Esto significa que para mesurandos definidos procedualmente, debe utilizarse el método especificado en el certificado. Para mesurandos definidos estructuralmente, se puede utilizar cualquier método que determine este mesurando y debe ofrecer resultados objetivos.

Hay que calibrar correctamente todos los instrumentos para asegurarse de que los resultados de medición corresponden a la misma referencia del valor certificado. Para resultados rastreables a un artefacto, debe utilizarse un estándar cuyo valor sea rastreable al mismo artefacto.

Uso de botellas abiertas

Si la botella está abierta, se puede producir una alteración o incluso una degradación del material, algo de lo que no se informó durante el proceso de certificación. Así pues, los productores de CRM no pueden garantizar los valores asignados de unidades abiertas. Es el usuario el que debe decidir si seguir usando este material o no y qué tratamiento o condiciones de mantenimiento son necesarios. En general, los materiales deben almacenarse en lugares frescos, secos, oscuros y cerrados. Puede obtener más información en el informe de certificación, al que puede acceder de forma gratuita en www.erm-crm.org. En cualquier caso, los materiales de contenedores abiertos deben usarse lo antes posible después de abrirse para minimizar los cambios.

Corrección de humedad

Muchos valores certificados se especifican como contenido por masa de muestra seca. Dado que los resultados de diferentes métodos (p.ej., estufa de secado, titulación Karl Fischer, estufa de vacío) puede variar de forma significativa, el procedimiento para la corrección de humedad debe especificarse en el certificado (Figura 3) y debe utilizarse este método.

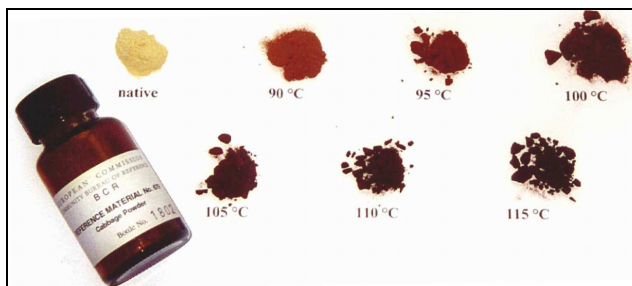


Figura 4: Efecto de las diferentes condiciones de secado en una Condición de secado especificada en el certificado: 16 h a 70 °C

Si se utilizan condiciones distintas, puede alterarse el material considerablemente. La determinación de la masa seca debe llevarse a cabo en una submuestra independiente.