



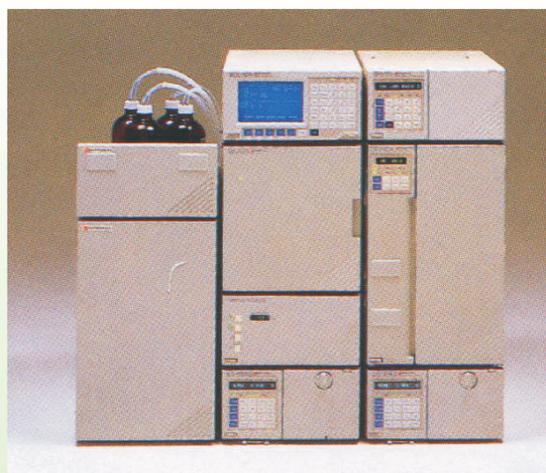
**JORNADAS DE DESARROLLO E INNOVACION**  
OCTUBRE 2000

**Infraestructura Tecnológica**

# Nuevos requerimientos de los sistemas de calidad para laboratorios de ensayo

C.Puglisi\*, L. Castro\*, S. Flores\*, L. H. Hermida\*\*, E.E.Lopez\*\*  
\* Departamento de Patrones Nacionales de Medida, \*\* CEQUIPE

La nueva norma para la acreditación de laboratorios, ISO 17025, que reemplaza a la Guía ISO 25, establece requisitos más rigurosos en lo concerniente a la validación de métodos de ensayo, de software y de equipos, e incluye requerimientos de cálculo de incertidumbre de medición.



**Método de ensayo**

Determinación de metil parabeno por HPLC

Disolvente: agua y etanol (5%)

Fase móvil: agua - acetonitrilo - acético (60:39:1)

Columna: RP18 125 x 4 mm, 5 micrones

Detector: UV 254 nm

**Muestras analizadas**

Se analizaron dos muestras de metil parabeno disueltas en una mezcla de alcohol en agua al 5%.

Concentraciones nominales: 302.63 0.15 g/ml  
62.77 0.15 g/ml

**Aspectos considerados:**

Preparación de soluciones de calibración, cálculo de incertidumbre de la concentración resultante. Comparación entre la preparación volumétrica, gravimétrica y con dilución automática.

Influencia de la estabilidad del equipo. Evaluación de la desviación estándar de las áreas obtenidas en idénticas condiciones de operación.

Curva de calibración. Validación del software del equipo, comparación con cálculos efectuados con otros programas. Discusión del cálculo de incertidumbre

**Preparación de disoluciones de calibración**



**Preparación volumétrica:**

Se preparó una disolución madre a partir de 100 mg de metil parabeno sólido (pureza certificada) y se llevó a volumen en un matraz de 100ml. A partir de esta disolución se prepararon las diluciones necesarias.

$$\text{Conc. sol. madre} = m/v$$

$$\text{Conc. diluciones} = C_{\text{inicial}} \times V_{\text{inicial}} / V_{\text{final}}$$

**Preparación gravimétrica:**

Se prepararon las disoluciones por pesada, se midió la densidad por picnometría.

Se expresaron las concentraciones en masa/masa y se convirtieron a masa/ volumen utilizando el valor de la densidad medida.

$$\text{Conc.} = m_{\text{sólido}} / m_{\text{soluc.}} \times d_{\text{soluc.}}$$

**Cálculo de incertidumbre**

Utilizando las fórmulas anteriores y teniendo en cuenta las operaciones realizadas, se calculó la incertidumbre para las distintas preparaciones. Se obtuvieron los siguientes resultados.

Fuentes de incertidumbre consideradas:

- Calibración de la balanza
- Valores de las tolerancias del material volumétrico
- Incertidumbre estadística

Resultados:

- Soluciones preparadas volumétricamente:  
Incertidumbre relativa: 0,3%
- Soluciones preparadas gravimétricamente:  
Incertidumbre relativa: 0,03%

**Curva de calibración**

Validación del software del equipo, comparación con cálculos efectuados con otros programas. Discusión del cálculo de incertidumbre.

Para cada solución de calibración se realizaron mediciones del área por triplicado.

Con los datos así obtenidos se generaron rectas de calibración utilizando el software del equipo y también programas generados en planillas de cálculo. En estos se incluyó el cálculo de la incertidumbre efectuado en forma similar a la descrita por la Norma ISO 8466-1 y la Guía Eurachem para determinación de incertidumbres.

VALORES DE CONCENTRACIÓN OBTENIDOS  
301 ± 3 µg/ml 61 ± 3 µg/ml

**Inyección automática**

El equipo cuenta con un dispositivo que permite inyectar distintos volúmenes de una solución madre y por lo tanto realizar automáticamente las diluciones que se describieron anteriormente. Utilizando este dispositivo se realizaron las mismas mediciones que se describieron para el caso de las soluciones de calibración

Resultados obtenidos: No se observan diferencias considerables entre ambos procedimientos.

**Conclusión:**

Las incertidumbres calculadas para las concentraciones de las soluciones de calibración no son significativas comparadas con las que provienen de las fluctuaciones en la determinación de las áreas, por lo cual pueden ser despreciadas.