



Instituto Nacional de Metrología
de Colombia

PROTOCOLO FINAL Comparación Interlaboratorios para la medición del pH

16-INM-CI-05

Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos

Bogotá D.C.

2016-08-23

Instituto Nacional de Metrología de Colombia - INM
Avenida Carrera 50 No.26- 55 Interior. 2 CAN Bogotá D.C., Colombia
Conmutador: (57- 1) 2542222 Fax 2542238 Website: www.inm.gov.co
E-mail: contacto@inm.gov.co Twitter @inmcolombia

Apoyan





Contenido

	Página
1. Introducción	3
2. Objetivo	3
3. Alcance	3
4. Requisitos para participar	3
5. Organización.....	4
5.1. Circulación del ítem objeto de comparación	4
5.2. Organizador de la Comparación Interlaboratorios (CI).....	4
5.3. Laboratorio de referencia	4
5.4. Ítems Objeto de Comparación	5
5.5. Descripción general de la Comparación Interlaboratorios	5
5.6. Precaución en el manejo del IOC	6
5.6.1. Transporte	6
5.6.2. Instrucciones de uso y precauciones	6
5.6.3. Almacenamiento.....	7
6. Resultados.....	7
6.1. Resultados de las mediciones	7
6.2. Valor asignado	8
6.3. Criterios de evaluación de resultados	8
6.4. Presentación de resultados	9
7. Informes	9
8. Compromisos y confidencialidad.....	9
9. Referencias	10
10. Anexos.....	10



16-INM-CI-05 Protocolo Final

Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos
Subdirección de Metrología Química y Biomedicina

1. Introducción

El Instituto Nacional de Metrología (INM) tiene como objetivo la coordinación de la metrología científica e industrial y la ejecución de actividades que permitan la innovación y soporten el desarrollo económico, científico y tecnológico del país. ONUDI es la agencia especializada de las Naciones Unidas que promueve el desarrollo industrial para disminuir la pobreza y en Colombia ONUDI está desarrollando el programa de fortalecimiento del sector cosméticos Safe+. El programa Safe+ busca mejorar las capacidades de exportación de los productores colombianos mediante el fortalecimiento de la Infraestructura de Calidad (SICAL) y las características de calidad de los productos. Así, el programa Safe+ ha establecido un marco de cooperación con el INM para fortalecer y difundir capacidades analíticas, y de medición. Dentro de este marco de actividades y con el fin de atender las necesidades de los laboratorios, que prestan el servicio de calibración o realizan actividades de medición, relacionadas con evaluar la calidad de sus mediciones, el INM a través de la Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos (SIST) con el apoyo de la Subdirección de Metrología Química y Biomedicina (SMQB), y la Organización de las Naciones Unidas para el Desarrollo Industrial (ONUDI), a través del programa Safe+, han organizado una Comparación Interlaboratorios (CI) para la medición del pH en solución acuosa, atendiendo los criterios establecidos en la norma NTC-ISO/IEC 17043:2010.

2. Objetivo

La participación en esta Comparación Interlaboratorios (CI) tiene como objetivo evaluar la capacidad de medición de los participantes en la determinación de pH, de acuerdo con sus procedimientos de medición. Adicionalmente, en este proceso los laboratorios participantes podrán identificar posibilidades de mejora para el ejercicio de la medición en esta propiedad química.

3. Alcance

Esta CI fue estructurada para laboratorios que realicen mediciones de pH, de acuerdo con sus procedimientos de medición.

4. Requisitos para participar

Los laboratorios participantes deben:

- Contar con un sistema de medición para la determinación de pH,
- Contar con procedimientos de medición de pH y personal capacitado en la aplicación de estos procedimientos,
- Tener personal con suficiente nivel de competencia en la actividad de medición de pH,
- Cumplir con las disposiciones establecidas en este protocolo.

Adicionalmente el laboratorio participante deberá enviar al INM la siguiente información:

- Formación académica y experiencia metrológica del responsable de las mediciones,
- Descripción del sistema de medición (patrón utilizado e instrumentos auxiliares),
- Certificados de los materiales de referencia utilizados en la calibración del sistema de medición,
- Enviar copia del procedimiento usado por el laboratorio en la medición y estimación de incertidumbre,



16-INM-CI-05 Protocolo Final

Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos
Subdirección de Metrología Química y Biomedicina

- e) Enviar la hoja de cálculo en la que se determine el valor medido de pH y la estimación de la incertidumbre de medición.

Todo documento que sea entregado a la SIST-INM, será tratado con absoluta confidencialidad.

5. Organización

5.1. Circulación del ítem objeto de comparación

Para la circulación del IOC a cada participante se le enviará un correo indicándole la fecha y el lugar en el que debe recoger el IOC. También se indicará que laboratorio irá a recoger el IOC y la fecha de entrega de este.

Las actividades que quedan pendientes para la terminación de la comparación se presentan en la Tabla 1

Tabla 1: Actividades restantes para la terminación de la Comparación Interlaboratorios

No.	Actividad	Fecha
6	Periodo para realizar mediciones	2016-08-23 a 2016-08-29
7	Entrega de resultados de mediciones	2016-08-31
8	Entrega informe preliminar	2016-09-09
9	Reunión de Cierre	2016-10-07
10	Entrega informe final	2016-10-14

Nota 1: Las fechas dadas en la Tabla 1 son aproximadas, por lo que estas pueden cambiar en el durante el desarrollo de esta CI.

5.2. Organizador de la Comparación Interlaboratorios (CI)

Instituto Nacional de Metrología – Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos

Avenida Carrera 50 No. 26-55, Int 2, CAN, Bogotá D.C.

Correo electrónico para comunicaciones, información adicional e inquietudes: comparaciones@inm.gov.co, Teléfono: 254 2222 Ext. 1413.

Personal a cargo:

Nombre	Responsabilidad
Antonio Garcia Tarquino	Subdirector de Innovación y Servicios Tecnológicos (E)
Gonzalo Leal Vásquez	Apoyo en gestión
Javier Ospino Martínez	Analista estadístico
Ronald Cristancho Amaya	Experto técnico
Henry Torres Quezada	Experto técnico
Cesar Fernandez Novoa	Atención al Cliente

5.3. Laboratorio de referencia

Para el desarrollo de esta Comparación Interlaboratorios se contará con la participación del Laboratorio de pH del Instituto Nacional de Metrología.



Handwritten signature



16-INM-CI-05 Protocolo Final

Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos
Subdirección de Metrología Química y Biomedicina

A continuación se presenta información relacionada con el laboratorio de referencia:

Ubicación: Avenida Carrera 50 No. 26-55, Int. 2, CAN, Bogotá D.C.

Responsable: Ronald Cristancho Amaya

Teléfono: 254 2222 ext. 1514

Correo electrónico: rcristancho@inm.gov.co

5.4. Ítems Objeto de Comparación

En el desarrollo de esta comparación se utilizará una solución acuosa de pH definido contenida en botellas de PEAD de 250 ml denominada 16-INM-CI-05 como Ítem Objeto de Comparación (IOC).

Nota 2: El Ítem Objeto de Comparación (IOC) equivale a la definición de ítem de ensayo de aptitud dada en la norma NTC-ISO/IEC 17043:2010.



Adicionalmente al IOC se entregaran los siguientes materiales de referencia:

MRC	Valor Nominal	Valor del certificado	Lote
MRC de pH	4 unid pH	4.01 unid pH	001-2 (160505-03)
MRC de pH	7 unid pH	7.41 unid pH	001-1 (160422-79)
MRC de pH	9 unid pH	9.18 unid pH	001-3 (160422-79)

5.5. Descripción general de la Comparación Interlaboratorios

Cada participante de la comparación recibirá un IOC y un kit de calibración que incluye materiales de referencia y un documento de recomendaciones de medición. Después de ser empacadas y marcados, los IOC y los kits serán entregados en la reunión de apertura a los laboratorios participantes en las instalaciones del INM.

Cada uno de los participantes determinará el valor de pH para el IOC descrito en el numeral 3 y estimará la incertidumbre de medición de acuerdo con sus procedimientos. Adicionalmente, cada participante deberá determinar el valor de pH para el IOC y estimará la incertidumbre de medición siguiendo el documento de recomendación de





16-INM-CI-05 Protocolo Final

Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos
Subdirección de Metrología Química y Biomedicina

medición (Anexo 1 del Protocolo Final). Las mediciones se realizarán dentro de los plazos establecidos en el cronograma de comparación y el laboratorio deberá reportar los resultados vía correo electrónico a más tardar el 31 de agosto de 2016.

Los laboratorios participantes deberán entregar los resultados en los formatos a más tardar en la fecha establecida para cada laboratorio (vía correo electrónico). Para asegurar el cumplimiento del cronograma establecido en la presente Comparación Interlaboratorios, en caso de que algún laboratorio no entregue los resultados en la fecha establecida, se considerará que ha decidido abandonar la comparación.

5.6. Precaución en el manejo del IOC.

5.6.1. Transporte

Para el transporte del IOC se recomienda:

- Los laboratorios participantes tendrán 5 días hábiles para realizar sus mediciones.
- Los laboratorios participantes serán responsables del transporte del IOC descrito en el numeral 5.4. Cada laboratorio recogerá el IOC en las instalaciones del INM.
- Al recibir el IOC (y/o el kit de calibración) inspeccionar que no presente goteo o algún tipo de deterioro. Las condiciones de transporte del material no deben superar 50°C de temperatura y 70% de Humedad relativa. Transportar y almacenar siempre de manera vertical para evitar fugas.
- Es necesario que personal técnico de laboratorio, que reconozca la importancia del IOC, sea el encargado del transporte de los mismos.
- Cada laboratorio participante cubrirá los costos de transporte del IOC.
- Al recibir el IOC asegúrese de recibir todos los elementos listados en el empaque y que estos no hayan sufrido daño alguno, así como la "Carta de presentación para el transporte del IOC". En el "*Formato de recepción y entrega del IOC*" se incluirá cualquier novedad con respecto a la recepción del IOC.
- Antes de entregar el IOC revise la lista de envío y asegúrese de que el empaque este correctamente cerrado.

En el "*Formato de recepción y entrega del IOC*" se debe registrar el estado del IOC al momento de la recepción de éstos.

El formato diligenciado se debe enviar al correo comparaciones@inm.gov.co

En caso de pérdida o daño del IOC el participante tendrá la opción de solicitar al INM el suministro de un IOC adicional, el Instituto podrá suministrarlo de acuerdo con la disponibilidad de este y los costos estarán a cargo del participante.

5.6.2. Instrucciones de uso y precauciones

En la sección 4 del Anexo 1 se establecen las instrucciones de uso y precauciones en el manejo del IOC.



16-INM-CI-05 Protocolo Final

Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos
Subdirección de Metrología Química y Biomedicina

5.6.3. Almacenamiento

El manejo y almacenamiento del IOC y los MRC dentro del laboratorio se hará bajo el procedimiento que utilice el participante para ítems similares, teniendo en cuenta la importancia que ello representa para la culminación de la CI.

En el apartado INFORMACION DE CONDICIONES AMBIENTALES de la hoja RESULTADOS del formato de Informe de Resultados se registrar las condiciones de bajo las cuales se realizó la calibración del IOC.

6. Resultados

6.1. Resultados de las mediciones

Lea las instrucciones establecidas en los formatos "*Informe de resultados para la CI*" y "*Informe de resultados utilizando MRC*": Hoja "INSTRUCCIONES".

Para el desarrollo de este ejercicio de comparación interlaboratorios se solicita al participante realizar una primera medición (que será la medición oficial reportada para la CI) utilizando el procedimiento rutinario empleado en su laboratorio, **sin utilizar los MRC suministrados** para efectos de calibración.

Para este primer resultado se registra en el formato "*Informe de resultados para la CI*" que debe ser diligenciado y enviado en su archivo original (Excel) y debe ser identificado con el nombre del laboratorio.

Adicionalmente, se solicita un segundo resultado como parte de un ejercicio independiente de la comparación en donde se sugiere que el laboratorio participante calibre previamente su sistema de medición **utilizando los Materiales de Referencia Certificados** que fueron entregados junto con el IOC.

Para este segundo resultado se registra en el formato "*Informe de resultados utilizando MRC*" que debe ser diligenciado y enviado en su archivo original (Excel) y debe ser identificado con el nombre del laboratorio.

Los formatos diligenciados se deben enviar al correo electrónico comparaciones@inm.gov.co en las fechas establecidas para cada laboratorio vía correo electrónico, de lo contrario no serán considerados.

IMPORTANTE
UNIDAD DE MEDICION Y CIFRAS DECIMALES

Cada participante debe reportar el valor de pH x_i junto con su incertidumbre de medición asociada $U(x_i)$ con (2) dos cifras decimales tal como se presenta en el siguiente ejemplo:

Ejemplo: $x_i = 4,01$ pH y $U(x_i) = 0.01$ pH

La unidad de medición para los resultados solicitados (x_i y $U(x_i)$) es pH.

OK
1/1





16-INM-CI-05 Protocolo Final

Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos
Subdirección de Metrología Química y Biomedicina

6.2. Valor asignado

El valor asignado x_{pt} y su incertidumbre de medición $U(x_{pt})$ asociada representado conjuntamente por:

$$x_{pt} \pm U(x_{pt})$$

Donde

x_{pt} Valor del pH obtenido a partir de las mediciones realizadas al IOC,
 $U(x_{pt})$ Incertidumbre de medición asociada a x_{pt} dada en el certificado del MRC.

La unidad de medición en que se deben reportar estos valores ($x_{pt}, U(x_{pt})$) es pH.

El valor asignado $x_{pt} \pm U(x_{pt})$ se obtendrá con las mediciones realizadas al IOC por el laboratorio de referencia.

6.3. Criterios de evaluación de resultados

Para esta Comparación Interlaboratorios se establece que el criterio de evaluación será el puntaje z dado en la norma NTC 5755:2010. El criterio z se evaluará para un nivel de confianza del 95,45%.

De acuerdo a la norma NTC 5755:2010 el error normalizado se calcula a través del modelo dado en la Ecuación (6-1):

$$z = \frac{x - x_{pt}}{\sigma_{pt}} \tag{6-1}$$

Donde

x valor de pH reportado por el participante.
 x_{pt} valor de pH reportado en el certificado de calibración del MRC (Material de Referencia Certificado).
 σ_{pt} es la desviación estándar de la comparación interlaboratorios.

Con base en el modelo del puntaje z dado en la Ecuación (6-1) y de acuerdo a la norma NTC 5755:2010 se tiene:

- Si $|z| < 2$ el desempeño del laboratorio se considera "satisfactorio,"
- Si $2 \leq |z| < 3$, el desempeño del laboratorio se considera "dudoso";
- Si $|z| \geq 3$ el desempeño del laboratorio se considera "no satisfactorio".

Si es necesario, de acuerdo al comportamiento de los resultados reportados en por los laboratorios, el criterio de evaluación puede ser cambiado según los lineamientos de la norma NTC 5755:2010.



10/11



16-INM-CI-05 Protocolo Final

Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos
Subdirección de Metrología Química y Biomedicina

6.4. Presentación de resultados

La presentación de los resultados del desarrollo de la Comparación Interlaboratorios se realizará en las instalaciones del INM y/o por medios electrónicos mediante conferencias virtuales en la fecha establecida en el cronograma para la reunión de cierre.

7. Informes

Después de recibidos los resultados de todos los laboratorios y de acuerdo al cronograma descrito en el protocolo final, la SIST-INM enviará a los participantes de este ejercicio un informe preliminar en el que se presentarán los resultados de la comparación. Cada laboratorio debe revisar dicho informe y si encuentra inconsistencias de los resultados presentados respecto de sus mediciones informadas debe enviar las observaciones pertinentes al correo comparaciones@inm.gov.co. Después de verificadas las observaciones realizadas por los participantes y si es procedente, realizadas las correcciones necesarias, la SIST-INM enviará un informe final en el que se presentará los resultados definitivos de la comparación.

Este informe incluirá tablas de resumen, gráficas de comparación, evaluación de los resultados de las mediciones y comparabilidad de sus resultados.

IMPORTANTE
ERRORES ATRIBUIBLES AL LABORATORIO

Sólo se aceptará correcciones a errores de transcripción u omisiones atribuibles a la Coordinación del Ensayo de Aptitud. NO SE CORREGIRÁ errores atribuibles al laboratorio tales como: unidades incorrectas, conversiones o factores erróneos, resultados incompletos, confusiones entre resultados, etc.

8. Compromisos y confidencialidad

Los resultados entregados por los participantes serán recibidos en la Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos (SIST) del INM y, con el fin de mantener la confidencialidad, se asignará un código numérico a cada participante al momento de entregar el informe preliminar de la comparación.

Adicionalmente, en cumplimiento de los literales b y c del numeral 5.5 de la Circular Externa 02 CEA-04 "Política para la participación en Ensayos de Aptitud/Comparaciones Interlaboratorios", emitida por el ONAC en junio de 2013, para los participantes que estén acreditados, se informará a dicho organismo de acreditación su participación junto con el código asignado.

02
17





16-INM-CI-05 Protocolo Final

Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos
Subdirección de Metrología Química y Biomedicina

9. Referencias

- **NTC-ISO/IEC 17043:2010**, Evaluación de la conformidad. Requisitos generales para los Ensayos de Aptitud, Bogotá, D.C.: Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC), 2010.
- **NTC 5755:2010**, Métodos estadísticos para utilizar en ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorios, Bogotá, D.C.: Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC), 2010.
- **F.G.K. Baucke**, Journal of Electroanalytical Chemistry, 368 (1994), 67-75, "Differential-potentiometric cell for the restandardization of pH reference materials".

10. Anexos

Anexo 1: Recomendaciones para la medición del pH

Anexo 2: Informe de resultados


Antonio Garcia Tarquino
Subdirector de Innovación y Servicios Tecnológicos (E)

Elaboró: Ronald Cristancho Amaya
Henry Torres Quezada
Gonzalo Leal Vásquez
Javier Ospino Martínez
Fecha: 2015-08-23