

# SIMPOSIO DE METROLOGÍA EN EL PERÚ

 **VIRTUAL**

## APLICACIÓN DE LA GUÍA ISO 80 PARA PREPARACIÓN IN-HOUSE DE MATERIALES DE CONTROL DE CALIDAD (QCMs)

Christian Uribe Rosas

Responsable de área de Metrología Química

# INACAL – Instituto Nacional de Calidad

Somos el ente rector y máxima autoridad normativa que conduce el **Sistema Nacional para la Calidad en el país.**

*(Adscrito al Ministerio de la Producción)*

Nuestra finalidad es promover y asegurar el **cumplimiento de la Política Nacional para la Calidad** con miras a:



**EL DESARROLLO Y LA COMPETITIVIDAD  
DE LAS ACTIVIDADES ECONÓMICAS.**



**LA PROTECCIÓN DEL CONSUMIDOR.**

## Contenido

- I. Guía ISO 80:2014 y norma ISO 17025:2017
- II. Guías sobre materiales de referencia
- III. Conceptos generales
- IV. Guía ISO 80:2014 y norma ISO 17034:2016
- V. Etapas de preparación de materiales de control de calidad (QCMs)
- VI. Sobre el uso de materiales de control de calidad (QCMs)
- VII. Aplicaciones de la Guía ISO 80

# I. Guía ISO 80:2014 y norma ISO 17025:2017

## Norma ISO 17025:2017

### 7.7.1 Aseguramiento de la validez de los resultados

**El laboratorio debe contar con un procedimiento para hacer el seguimiento de la validez de los resultados.....**

- a) uso de materiales de referencia o materiales de control de calidad;
- b) uso de instrumentos alternativos que han sido calibrados para obtener resultados trazables;
- c) comprobaciones funcionales del equipamiento de ensayo y de medición;
- d) uso de patrones de verificación o patrones de trabajo con gráficos de control, cuando sea aplicable;
- e) comprobaciones intermedias en los equipos de medición;
- f) repetición del ensayo o calibración utilizando los mismos métodos o métodos diferentes;
- g) reensayo o recalibración de los ítems conservados;
- h) correlación de resultados para diferentes características de un ítem;
- i) revisión de los resultados informados;
- j) comparaciones intralaboratorio;
- k) ensayos de muestras ciegas.

# I. Guía ISO 80:2014 y norma ISO 17025:2017

## 6.4 Equipamiento

**6.4.1** El laboratorio debe tener acceso al equipamiento (incluidos pero sin limitarse a, instrumentos de medición, software, patrones de medición, materiales de referencia, datos de referencia, reactivos, consumibles o aparatos auxiliares) que se requiere para el correcto desempeño de las actividades de laboratorio y que pueden influir en los resultados.

NOTA 1 Existen muchos nombres para designar los materiales de referencia y los materiales de referencia certificados, incluyendo patrones de referencia, patrones de calibración, materiales de referencia patrón y materiales de control de calidad. La Norma ISO 17034 contiene información adicional sobre productores de materiales de referencia (PMR). Los PMR que cumplan los requisitos de la Norma ISO 17034 se consideran competentes. Los materiales de referencia de PMR que cumplan con los requisitos de la Norma ISO 17034 se proporcionan con una hoja de información o certificado de producto que especifica, entre otras características, la homogeneidad y la estabilidad para las propiedades especificadas y, para los materiales de referencia certificados, las propiedades especificadas con valores certificados, su incertidumbre de medición y la trazabilidad metrológica asociadas.

NOTA 2 La Guía ISO 33 proporciona orientación para la selección y uso de los materiales de referencia. La Guía ISO 80 proporciona orientación para la preparación interna de los materiales de referencia utilizados para el control de la calidad.

## II. Guías sobre materiales de referencia



### ISO/REMCO Committee on reference materials

#### OTHER BODIES DEVELOPING STANDARDS OR GUIDES

#### ☑ ISO GUIDE 30:2015

Reference materials — Selected terms and definitions

#### ☑ ISO GUIDE 31:2015

Reference materials — Contents of certificates, labels and accompanying documentation

#### ☑ ISO GUIDE 33:2015

Reference materials — Good practice in using reference materials

#### ☑ ISO GUIDE 35:2017

Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability

#### ☑ ISO GUIDE 80:2014

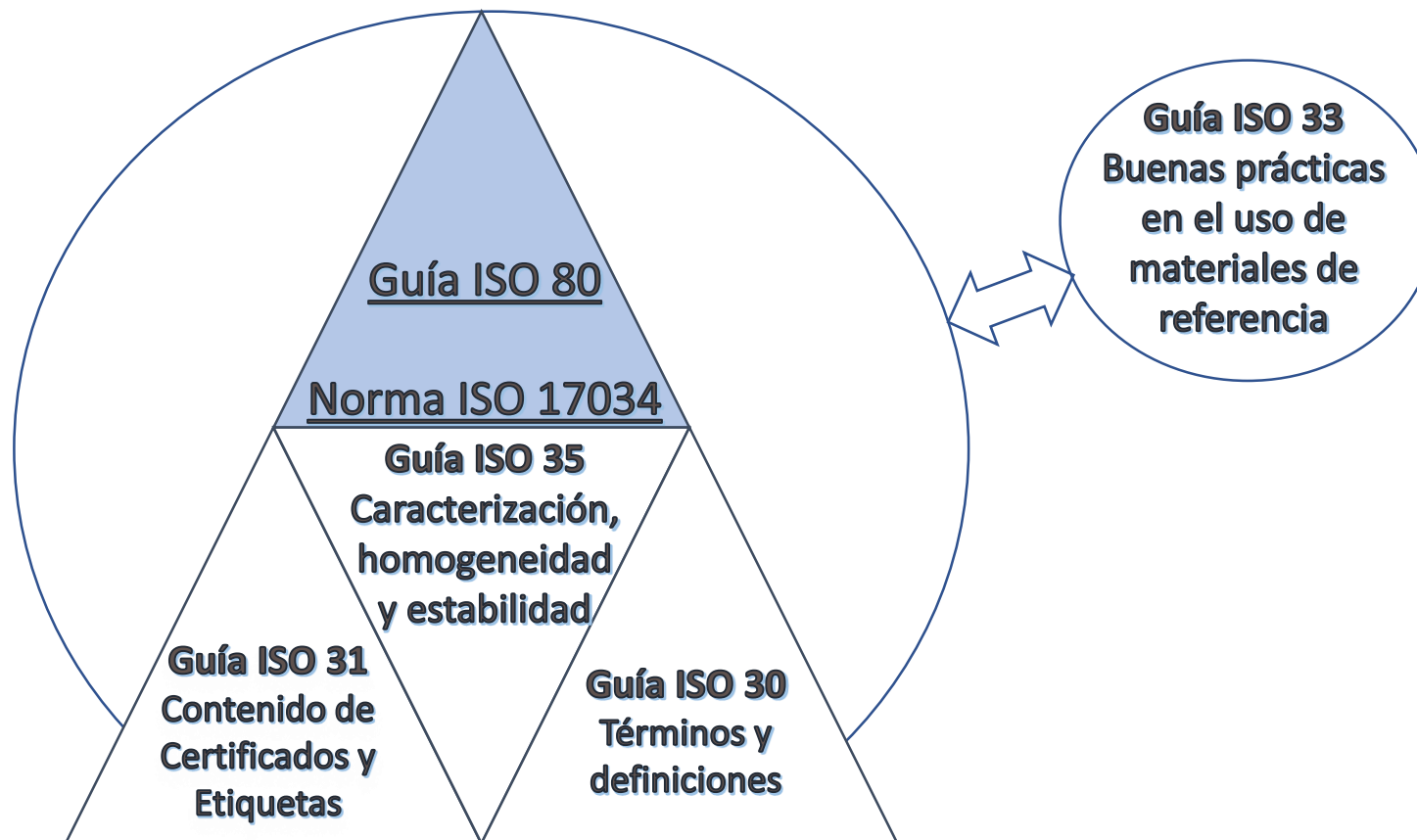
Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs)

#### ☒ ISO GUIDE 34:2009

General requirements for the competence of reference material producers

#### ☑ ISO 17034:2016 GENERAL REQUIREMENTS FOR THE COMPETENCE OF REFERENCE MATERIAL PRODUCERS

# II. Guías sobre materiales de referencia



## III. Conceptos generales

### **Material de referencia** [definición extraída de Guía ISO 30:2015]

Material, **suficientemente homogéneo y estable** con respecto a una o más propiedades especificadas, que se ha establecido para ser adecuado para su uso previsto en un proceso de medición.

### **Material de control de calidad** [definición extraída de Guía ISO 30:2015]

Material de referencia usado para control de calidad de mediciones

### **Material de referencia certificado** [definición extraída de Guía ISO 30:2015]

Material de referencia **caracterizado por un procedimiento metrológicamente válido** para una o más de sus propiedades especificadas, **acompañado de un certificado** que proporciona el valor de la propiedad especificada, su **incertidumbre asociada**, y una declaración de trazabilidad metrológica.



## II. Conceptos generales

### Diferentes terminologías utilizadas en diferentes industrias

- Material de referencia in-house
- Material de referencia interno
- Muestra de control de calidad
- Quality control material (QCM, siglas en inglés)  
Material de control de calidad (MCC, siglas en español?)

## II. Conceptos generales

### Justificación para preparar materiales de control de calidad

- Contar con material de referencia de matriz similar a muestras de rutina
- Complementar el uso de un Material de Referencia Certificado
- Cuando no existe Material de Referencia Certificado disponible

## II. Conceptos generales

### Justificación para preparar materiales de control de calidad






➤ Cuando un material homogéneo y estable es suficiente para:

- evaluar repetibilidad o reproducibilidad (no se requiere trazabilidad metrológica o incertidumbre)
- preparación de diagramas (o cartas) de control de calidad
- comparación de resultados de diferentes analistas o diferentes métodos en un mismo laboratorio
- establecer variabilidad de un mismo analista

(Guía ISO 80 recomienda revisar Guía ISO 33:2015 para otras aplicaciones de los materiales de control de calidad)

## II. Conceptos generales

### Alcance de la Guía ISO 80

- La preparación de QCMs involucra pruebas de homogeneidad, estabilidad y puede incluir información sobre caracterización del material, dependiendo del caso 
- No cubre materiales de referencia donde el transporte es importante, es decir, materiales utilizados en laboratorios con diferentes sedes o materiales para ensayos de aptitud (Usar mejor ISO 17034) 
- La guía establece criterios para preparar materiales que servirán para demostrar que un sistema de medición está bajo control estadístico 
- Sin embargo no aborda la forma de uso de los diagramas (o cartas) de control de calidad. 
- La guía supone que los que prepararán los QCMs tienen experiencia con el tipo de material utilizado y conocen los problemas relacionados a efectos de matriz, contaminación probable, etc. 

# IV. Guía ISO 80:2014 y norma ISO 17034:2016

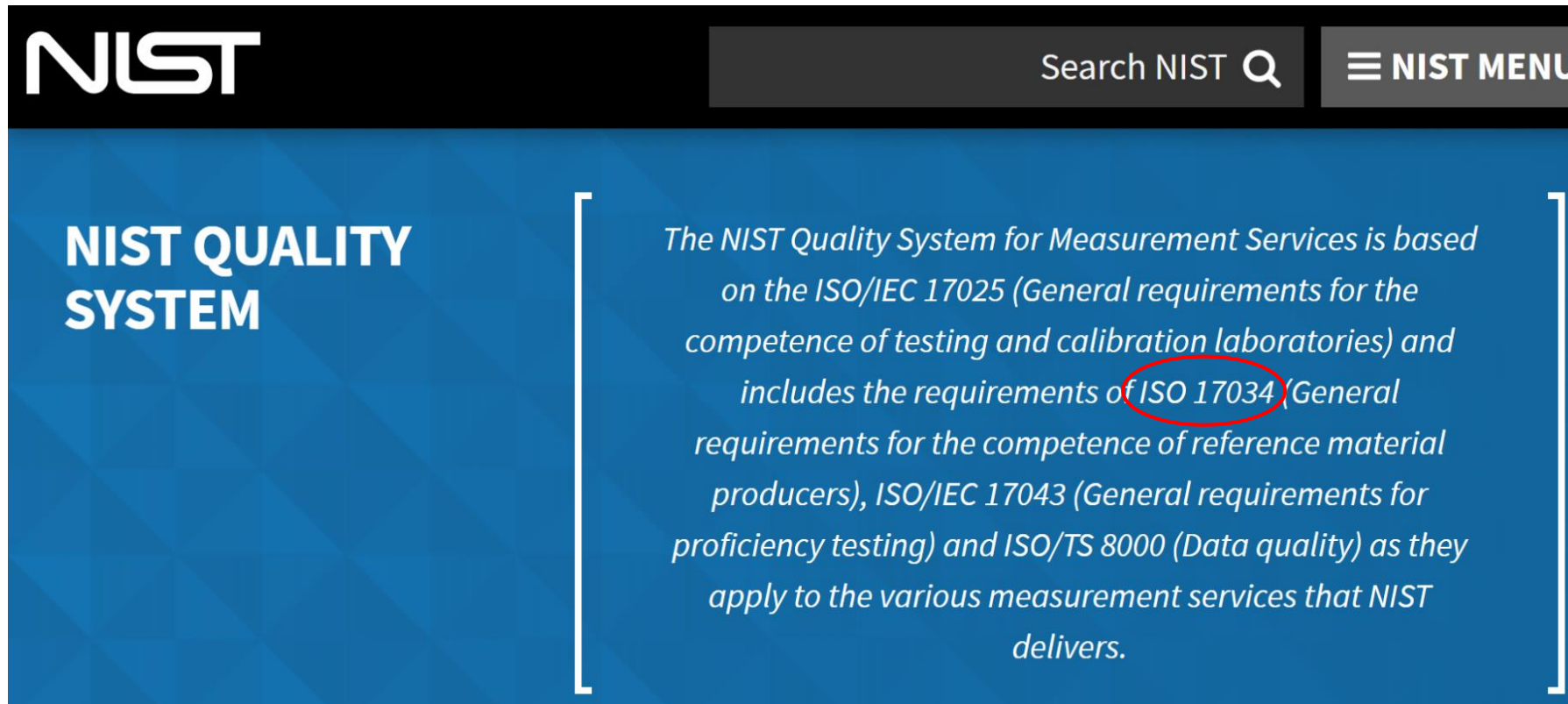
## Capítulos de la guía ISO 80


1. Alcance
2. Referencias Normativas
3. Términos y Definiciones
4. Materiales de control de calidad (QCMs)
5. Aplicaciones de QCMs
6. **Etapas de la preparación in-house de QCMs**
7. Especificación del material
8. Preparación de QCMs
9. Homogeneidad
10. Caracterización y asignación de valor
11. Estabilidad
12. **Transporte**
13. Documentación para QCMs
14. Almacenamiento
15. Uso de materiales de control de calidad

## Capítulos de la norma ISO 17034:2016

1. Objeto y campo de aplicación
2. Referencias normativas
3. Términos y definiciones
4. Requisitos generales
5. Requisitos relativos a la estructura
6. Requisitos para los recursos
7. Requisitos técnicos y de producción
  - 7.2 Planificación de la producción
  - 7.4 Manipulación y almacenamiento del material
  - 7.5 Procesamiento del material
  - 7.10 Evaluación de la homogeneidad
  - 7.11 Evaluación y seguimiento de la estabilidad
  - 7.12 Caracterización
  - 7.14 Documentos y etiquetas del MR
  - 7.15 Servicio de distribución
- 8 Requisitos del sistema de gestión

## IV. Guía ISO 80:2014 y norma ISO 17034:2016



**NIST** Search NIST   **NIST MENU**

### NIST QUALITY SYSTEM

*The NIST Quality System for Measurement Services is based on the ISO/IEC 17025 (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories) and includes the requirements of **ISO 17034** (General requirements for the competence of reference material producers), ISO/IEC 17043 (General requirements for proficiency testing) and ISO/TS 8000 (Data quality) as they apply to the various measurement services that NIST delivers.*

## IV. Guía ISO 80:2014 y norma ISO 17034:2016



### DIRECCIÓN DE METROLOGÍA

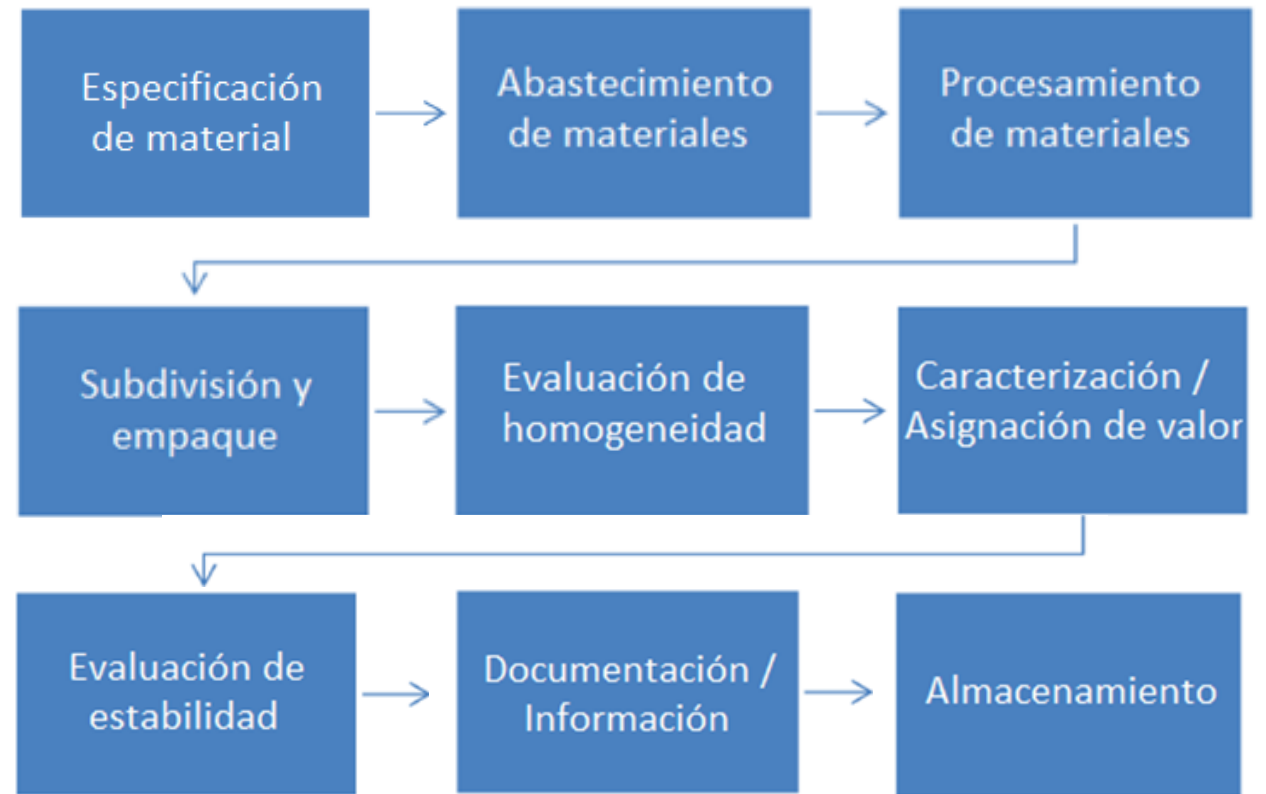
Uno de los pilares que conforman el **INACAL**, es la Dirección de Metrología (DM). La importancia de la Metrología está en que muchísimas actividades humanas requieren hacer mediciones, por ejemplo medir la masa con una balanza, medir la temperatura con un termómetro, etc. Dichas mediciones deben hacerse correctamente y deben tener la suficiente **CONFIABILIDAD**, porque de no ser así las múltiples decisiones que se toman a partir de ellas podrían estar equivocadas y sus consecuencias pueden ser enormes, teniendo en cuenta que cada día se hacen millones de mediciones en diversos campos de la actividad humana, la industria, el comercio nacional e internacional, la tecnología, la ciencia, la medicina humana, entre otras.

La Metrología es la ciencia que sirve para conocer cómo realizar correctamente las mediciones y proporcionar la debida confiabilidad técnica a las mediciones. La DM cuenta con 19 Laboratorios Metrológicos debidamente acondicionados, instrumentos de medición de alta exactitud y metrólogos especializados y altamente calificados y capacitados en países de alto nivel de desarrollo de América, Europa y Asia. La DM cuenta con un Sistema de Gestión de la Calidad basado en las NTP ISO 17034 y NTP ISO/IEC 17025 con lo cual se constituye en una entidad capaz de brindar un servicio integral, confiable y eficaz de aseguramiento metrológico para la industria, la ciencia y el comercio.

# V. Etapas de preparación de QCMs

## CAPÍTULOS DE LA GUÍA ISO 80

1. Alcance
2. Referencias Normativas
3. Términos y Definiciones
4. Materiales de control de calidad (QCMs)
5. Aplicaciones de QCMs
6. Etapas de la preparación in-house de QCMs
7. Especificación del material
8. Preparación de QCMs
9. Homogeneidad
10. Caracterización y asignación de valor
11. Estabilidad
12. Transporte
13. Documentación para QCMs
14. Almacenamiento
15. Uso de materiales de control de calidad





# V. Etapas de preparación de QCMs

## Especificación de material

- Materiales de Referencia de matriz semejante a las muestras de rutina
- Tamaño del lote? Tamaño de cada unidad en el lote?

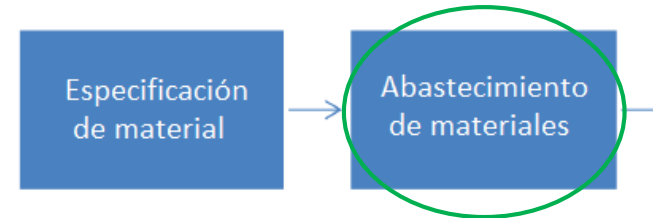
Especificación  
de material



# V. Etapas de preparación de QCMs

## Abastecimiento de materiales

- Adquisición de materia prima?
- Adquisición de producto procesado?
- Preparación gravimétrica o volumétrica?



# V. Etapas de preparación de QCMs

## Procesamiento del material

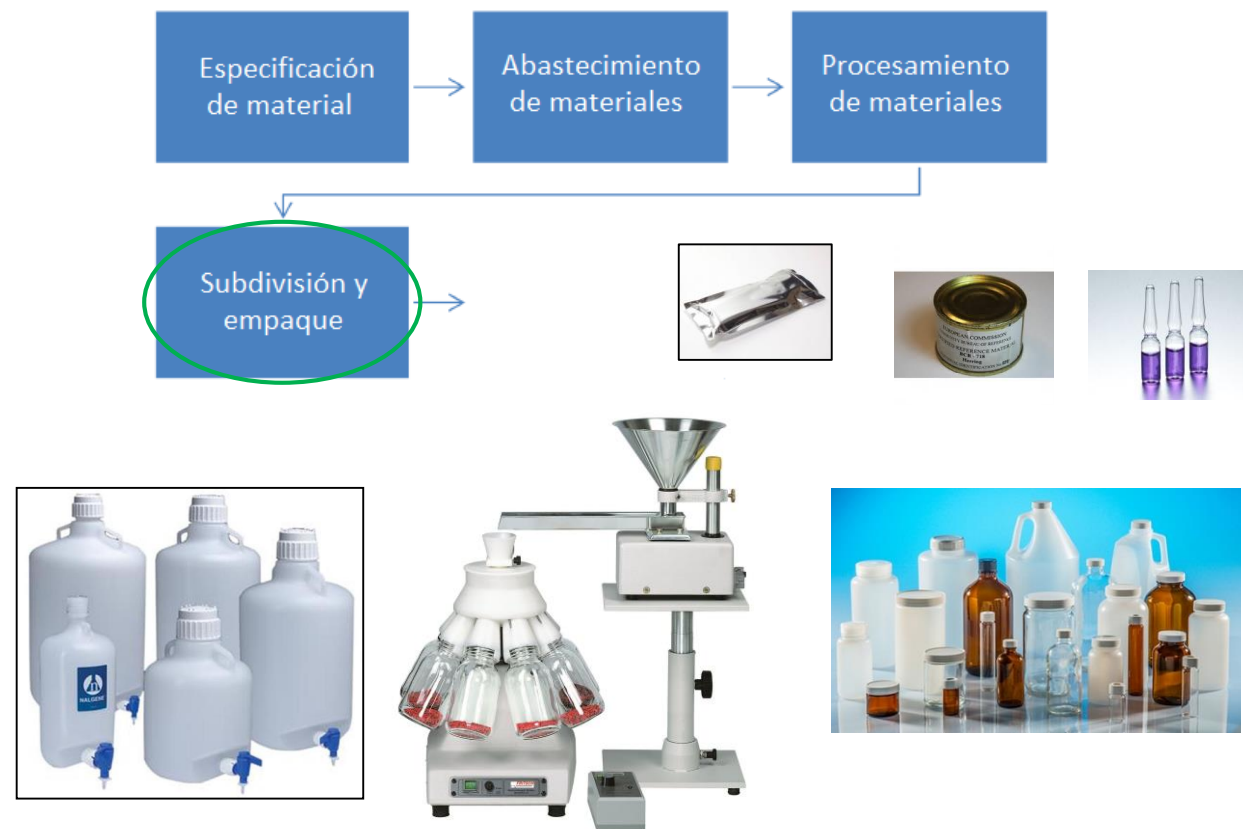
- Secado
- Molienda
- Tamizado
- Homogeneizado
- Filtración
- Estabilización
- Esterilización



# V. Etapas de preparación de QCMs

## Subdivisión y empaque

- Recipiente para preparación del lote con caño para dispensar líquidos
- Dispositivo para envasado de sólidos
- Empaque de aluminio?
- Enlatado?
- Ampollas?
- Botellas de vidrio o plástico?



# V. Etapas de preparación de QCMs

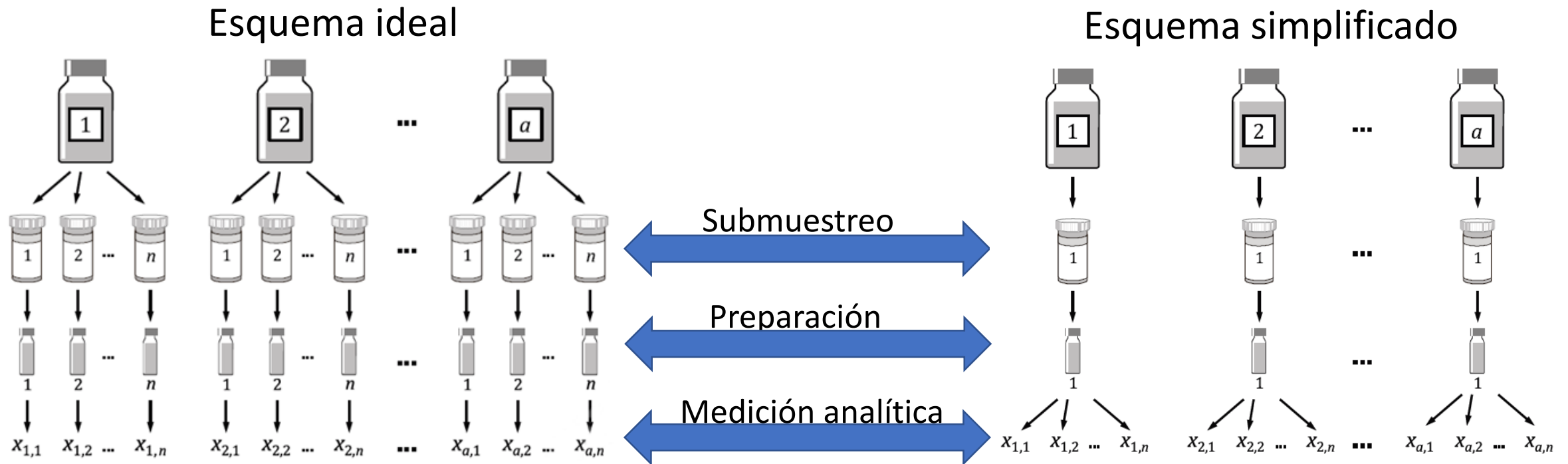
## Evaluación de homogeneidad

- Muestreo representativo
- Evaluación de homogeneidad con un estudio predeterminado (por ejemplo siguiendo la Guía ISO 35)



# V. Etapas de preparación de QCMs

## Evaluación de homogeneidad según la Guía ISO 35

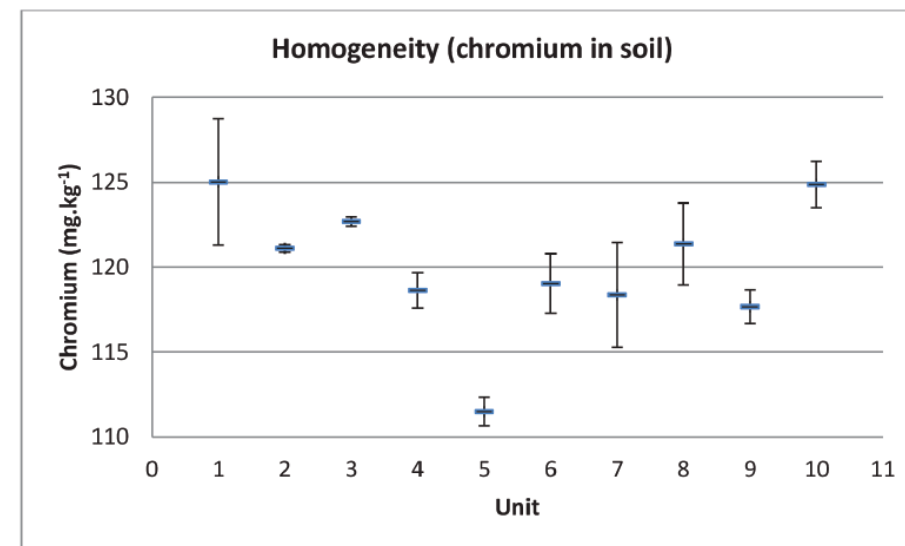


# V. Etapas de preparación de QCMs

## Evaluación de homogeneidad – Mediciones de cromo en suelo

Table 1 — Homogeneity study of 10 units

Unit number	Result 1 mg·kg <sup>-1</sup>	Result 2 mg·kg <sup>-1</sup>	Mean mg·kg <sup>-1</sup>	Variance mg·kg <sup>-1</sup>
1	121,3	128,74	125,02	27,68
2	120,87	121,32	121,10	0,10
3	122,4	122,96	122,68	0,16
4	117,60	119,66	118,63	2,12
5	110,65	112,34	111,50	1,43
6	117,29	120,79	119,04	6,12
7	115,27	121,45	118,36	19,10
8	118,96	123,78	121,37	11,62
9	118,67	116,67	117,67	2,00
10	126,24	123,51	124,88	3,73



# V. Etapas de preparación de QCMs

## Evaluación de homogeneidad – Mediciones de cromo en suelo

Table 2 — Results of single factor analysis of variance

Source of variation	Sum of squares (SS)	Degrees of freedom	Mean squares (MS)
Between-units	284,94	9	31,67
Within-unit	74,05	10	7,41
Total	358,99	19	

La varianza entre unidades se estima:

$$s_A^2 = \frac{MS_{\text{between}} - MS_{\text{within}}}{n_0} = \frac{31,67 - 7,41}{2} = 12,13 \text{ mg}^2 \cdot \text{kg}^{-2}$$

La desviación estándar entre unidades es la raíz cuadrada:

$$s_{bb} = \sqrt{12,13} = 3,48 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$$

Por otro lado la desviación estándar de repetibilidad es:

$$s_r = \sqrt{MS_{\text{within}}} = \sqrt{7,41} = 2,72 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$$



# V. Etapas de preparación de QCMs

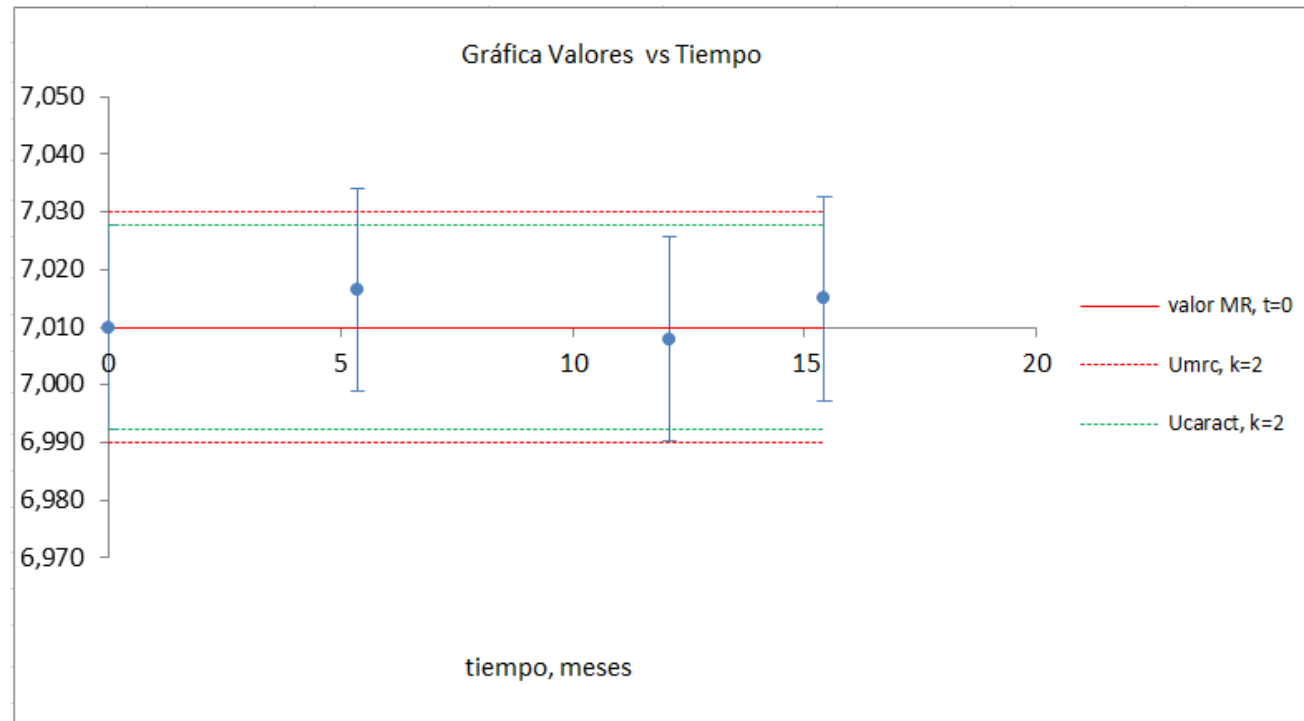
## Evaluación de estabilidad

- No es muy común realizar la evaluación de estabilidad para materiales de control de calidad (costosa).
- La caducidad del material usualmente establecida de acuerdo al conocimiento previo sobre la matriz de material utilizada.
- De ser realizada, evaluación de estabilidad siguiendo la Guía ISO 35



# V. Etapas de preparación de QCMs

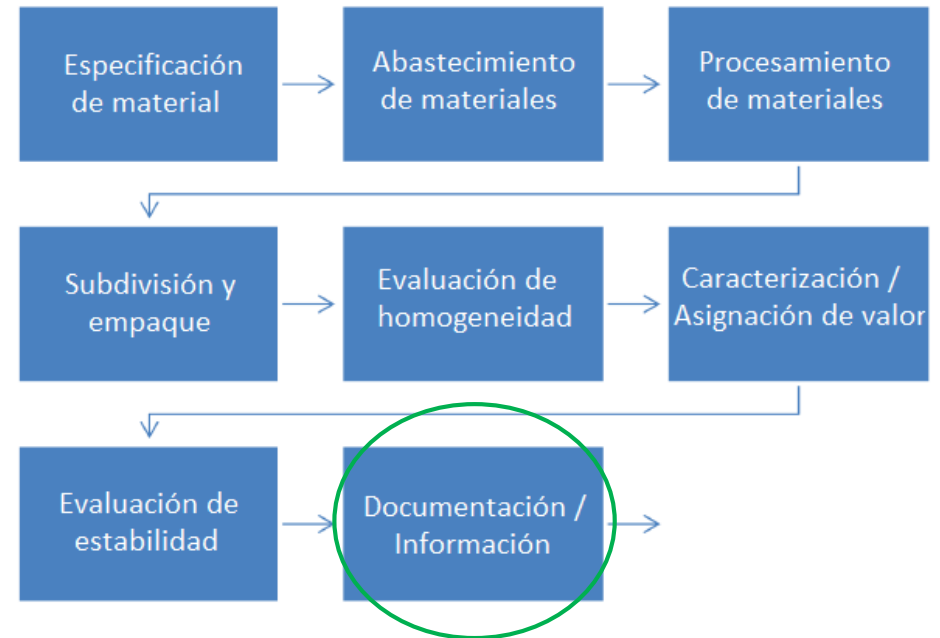
## Evaluación de estabilidad a largo plazo según la Guía ISO 35



# V. Etapas de preparación de QCMs

## Documentación / Información

- Guía ISO 80 refiere a Guía ISO 31 indicando que proporciona información para materiales de referencia en general



# V. Etapas de preparación de QCMs

## Información que debe estar disponible para usuarios de materiales de control de calidad

- Nombre y descripción del material
- Número de referencia y/o número de lote
- Fecha de preparación
- Uso previsto del material y cualquier instrucción especial para su uso
- Valor indicativo, si aplica
- Cantidad mínima de material requerida para lograr resultados consistentes
- Instrucciones de almacenaje
- Información sobre la fecha de caducidad esperada
- Cualquier precaución de seguridad especial que deban aplicar los usuarios

# V. Etapas de preparación de QCMs

## Etiquetado de materiales de control de calidad

- Nombre y descripción del material
- Número de referencia y/o número de lote
- Etiquetas de seguridad y peligros, cuando sea apropiado
- Condiciones ambientales del área de almacenaje incluyendo temperatura y humedad
- Fecha de preparación
- Fecha de caducidad esperada

Información adicional que puede ser incluida en la etiqueta:

- Tamaño de la unidad (por ejemplo, 20 g)
- Número de unidad individual (esto puede ayudar a identificar cualquier tendencia de embotellado en caso de obtenerse resultados inesperados al analizar los materiales de control de calidad)

# V. Etapas de preparación de QCMs

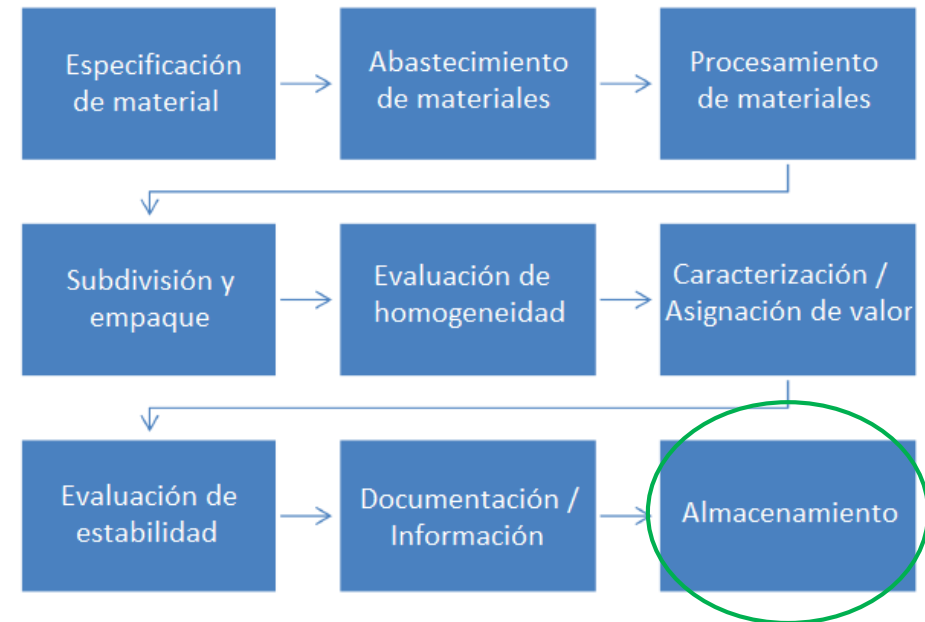
## Información útil a ser archivada

- Especificaciones relevantes
- Fuente del material de partida
- Tipo de recipientes utilizados para las unidades individuales
- Procedimientos de subdivisión utilizados
- Cualquier tratamiento especial utilizado para estabilizar o esterilizar el material
- Información suplementaria sobre el material (por ejemplo, tamaño de partícula, contenido de humedad, etc.)
- Detalles completos de todos los métodos utilizados para producir el material
- Datos obtenidos con los métodos utilizados para producir el material
- Experiencia específica útil para evitar errores costosos durante la preparación de nuevos lotes

# V. Etapas de preparación de QCMs

## Almacenamiento

- Materiales de control de calidad almacenados en condiciones que los mantengan estables
- Recipientes individuales sellados adecuadamente
- Almacenamiento protegido del calor, luz y humedad
- Temperaturas bajas son recomendables suelen ser recomendables para algunos materiales



# VI. Sobre el uso de materiales de referencia

## Sobre el tamaño de muestra mínimo a extraer

- Soluciones homogéneas y gases no requiere detalle sobre tamaño mínimo
- A mayor tamaño de alícuota se reduce heterogeneidad
- El tamaño de muestra mínimo declarado se obtiene en el estudio de homogeneidad. **Es un valor conservador, no el mínimo absoluto**

## Sobre el proceso de mezclado (o agitación) durante el uso

- Simple agitación suele ser suficiente. Si se requiere introducir a la botella dispositivo externo de agitación, tomar cuidados para evitar contaminación
- A mayor tamaño de alícuota se reduce heterogeneidad



# VI. Sobre el uso de materiales de control calidad

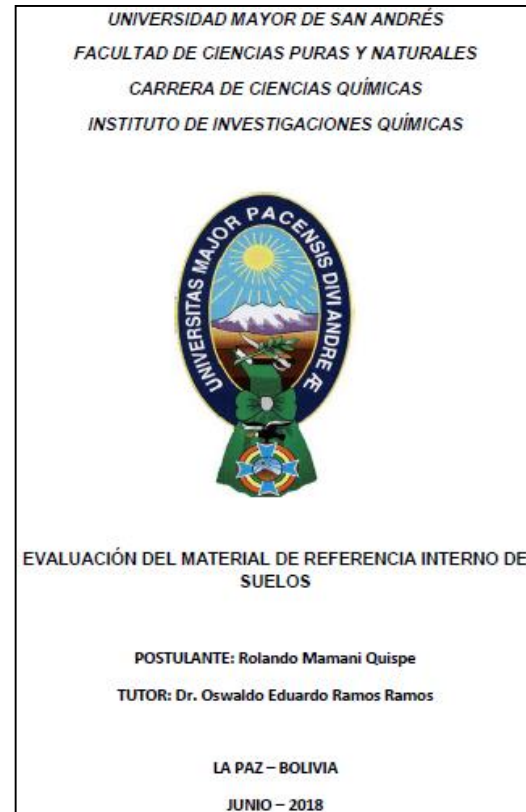
## Contenido declarado en base seca

- Muchos materiales con propiedades declaradas en base seca.
- Humedad por estufa y humedad por titulación Karl Fischer no dan el mismo valor
- Si el contenido está declarado en base seca, especificar claramente método de determinación de humedad

## Almacenaje de recipiente abiertos y cerrados varias veces

- Abrir y cerrar varias veces una botella de material de referencia afecta la estabilidad del mismo. Ya existe un requisito que indica necesidad de realizar estudio relacionado. Afecta incertidumbre o caducidad
- Presentación en tamaños pequeños es la solución más práctica a este problema

# VII. Aplicaciones de la Guía ISO 80:2014



## VII. Aplicaciones de la Guía ISO 80:2014

Figura 7. Estabilidad de fósforo asimilable al tiempo

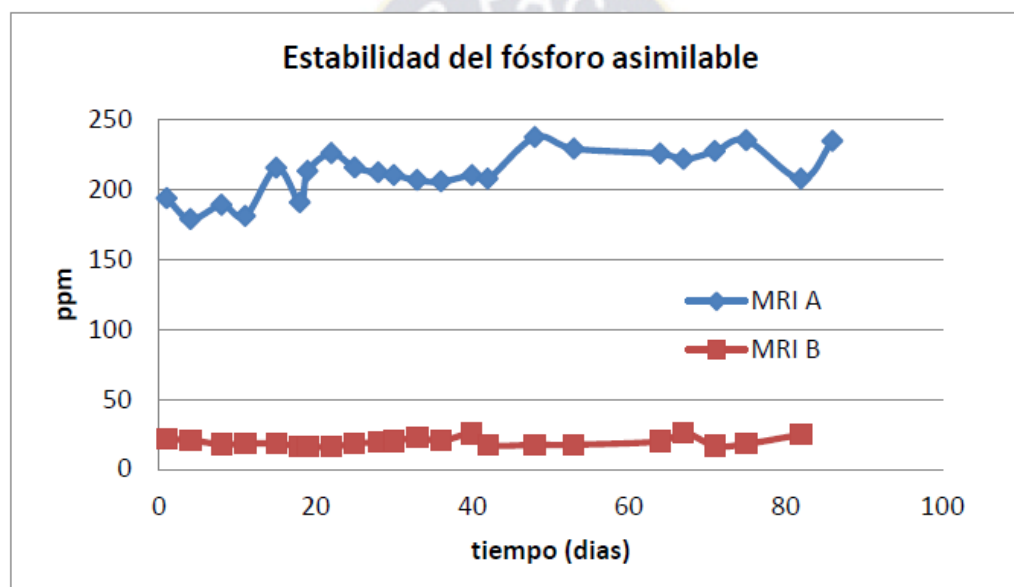



Tabla 22. Determinación estadística media, desviación estándar (DS) y coeficiente de variación (CV) en la estabilidad a los tres meses de los dos materiales de referencia internos MRI A y MRI B.

# VII. Aplicaciones de la Guía ISO 80:2014

[Home](#)[About us](#)[Subject Areas](#)

Bulletin of the Veterinary Institute in Pulawy | [Volume 56: Issue 4](#)

## In-House Reference Material of Chloramphenicol in Pig Muscle

Tomasz Śniegocki <sup>1</sup>, Jan Żmudzki<sup>1</sup>, Andrzej Posyński<sup>1</sup> and Bartosz Sell<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Department of Pharmacology and Toxicology National Veterinary Research Institute, 24-100 Pulawy, Poland

DOI: <https://doi.org/10.2478/v10213-012-0106-1> | Published online: 17 Jan 2013

[PDF ↓](#)

[ABSTRACT](#) **PDF** [REFERENCES](#) [RECOMMENDATIONS](#)

## VII. Aplicaciones de la Guía ISO 80:2014

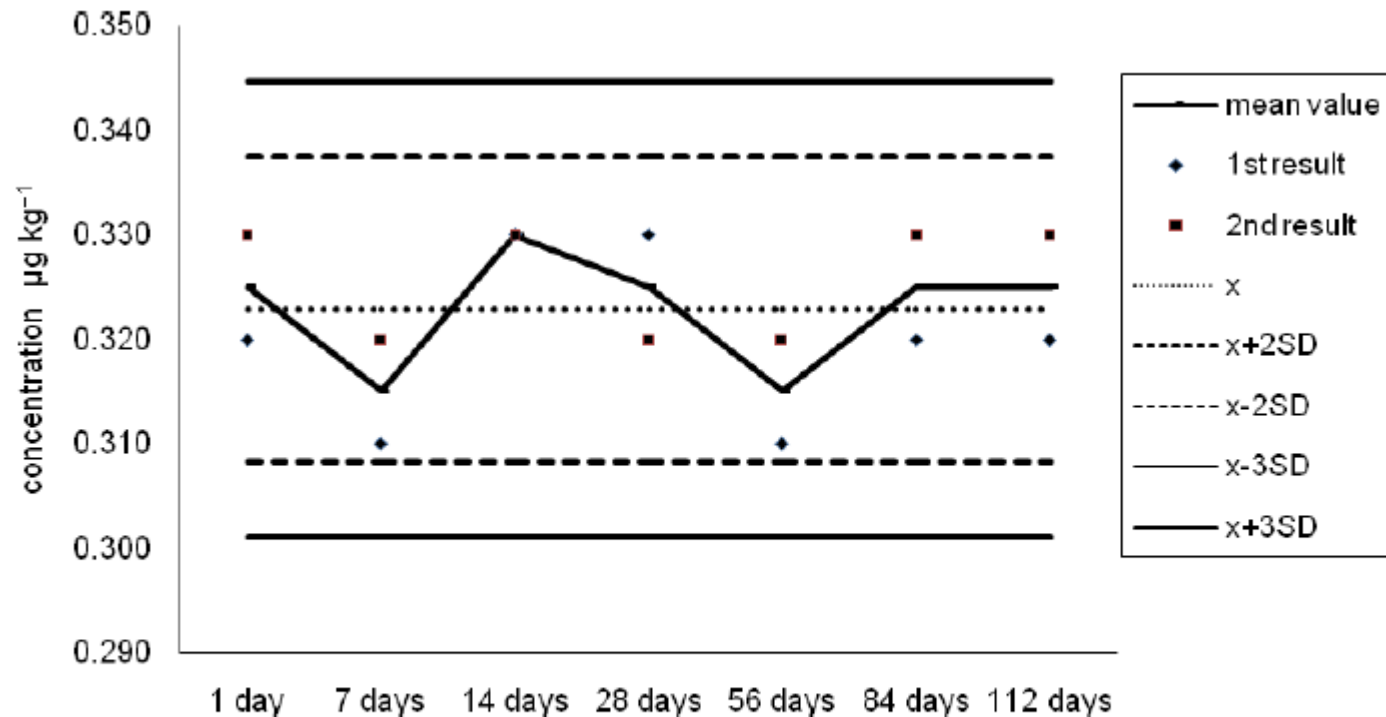


Fig. 2. Stability of incurred CAP in muscle. ■ - 1<sup>st</sup> result, ◆ - 2<sup>nd</sup> result, x - mean concentration obtained in homogeneity study, SD - standard deviation obtained in homogeneity study.

# VII. Aplicaciones de la Guía ISO 80:2014



## [Journal of the Brazilian Chemical Society](#)

Print version ISSN 0103-5053 On-line version ISSN 1678-4790

**J. Braz. Chem. Soc. vol.17 no.2 São Paulo Mar./Apr. 2006**

<https://doi.org/10.1590/S0103-50532006000200020>

### ARTICLE

## **Preparation of an estuarine sediment quality control material for the determination of trace metals**

**Vanessa Hatje\***; Denilson S. S. dos Santos; Maria das Graças A. Korn

Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, 40170-290 Salvador-BA, Brazil

#### Services on Demand

##### Journal

- SciELO Analytics
- Google Scholar H5M5 (2019)

##### Article

- English (pdf)
- Article in xml format
- How to cite this article
- SciELO Analytics
- Curriculum ScienTI
- Automatic translation

##### Indicators

##### Related links

##### Share

- More
- More

## VII. Aplicaciones de la Guía ISO 80:2014

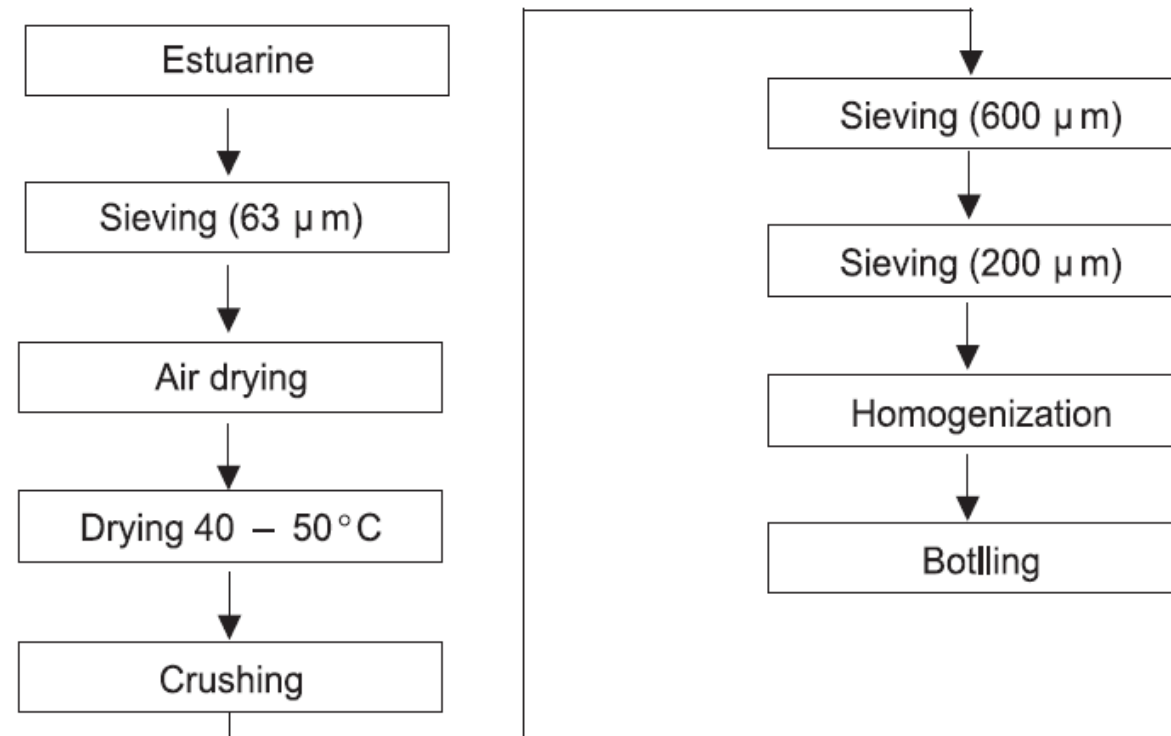
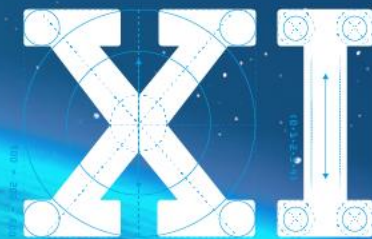


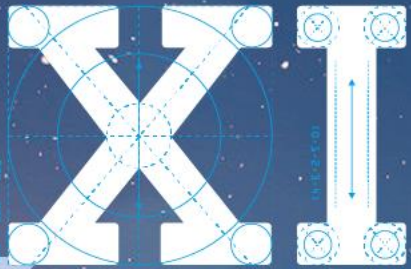
Figure 1. Flow chart for the preparation of estuarine QCM.

Muchas gracias por su atención



**SIMPOSIO DE  
METROLOGÍA  
EN EL PERÚ**





# SIMPOSIO DE METROLOGÍA EN EL PERÚ