

Trazabilidad metrológica II: Importancia de los materiales de referencia certificados

María José Cotarelo, José Luis Borrego, Beatriz Almagro

Resumen

La publicación de la norma ISO/IEC 17025:2017 y su apoyo tanto en la norma ISO 17034 como en la ISO Guide 33 ha supuesto el reconocimiento de una forma sistemática de la evaluación de la competencia de los productores de materiales de referencia y la explicación rigurosa de la diferencia entre material de referencia y material de referencia certificado como elemento clave en el aseguramiento de la trazabilidad metrológica. Pero la garantía de la competencia técnica de los productores de materiales de referencia debe estar ligada a la acreditación, a los acuerdos de reconocimiento del BIPM o a la base de datos de JCTLM en el campo de la medicina.

Introducción

Tal y como se afirmaba en el artículo titulado “Trazabilidad metrológica: un requisito transversal para la acreditación de evaluadores de la conformidad”, publicado en el número precedente de esta revista, la **trazabilidad metrológica** es un concepto clave para garantizar la validez de las medidas y permitir que sean comparables entre sí, independientemente de quién las ha realizado. En el presente artículo nos centraremos en una de las formas que la norma ISO/IEC 17025 contempla para asegurar que los resultados de una medición sean trazables al sistema internacional de unidades (SI) y que es válida también cuando no sea técnicamente posible la trazabilidad metrológica al SI: la utilización de valores certificados de **materiales de referencia certificados** proporcionados por productores **competentes** (clausulas 6.5.2.b y 6.5.3.a de ISO/IEC 17025:2017).

Relación entre trazabilidad metrológica y material de referencia certificado

Los conceptos de *trazabilidad metrológica* y *material de referencia certificado* están tan relacionados que la definición del primero necesita de la mención del segundo para poder ser completa, y viceversa. A continuación, definiremos ambos conceptos para explicarlo.

Según el apartado 2.41 del Vocabulario Internacional de Metrología (VIM), la **trazabilidad metrológica** es la propiedad de un resultado de medida por la cual ese resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, en la que cada una de esas calibraciones contribuye a la incertidumbre de medida. Añade como nota 1 a la definición que la referencia puede ser, entre otras, un **patrón**. Además, se indica en la nota 4 que, para mediciones con más de una magnitud de entrada en el modelo de medición, **cada valor de entrada debiera ser metrológicamente trazable** y que el **esfuerzo** por establecer la trazabilidad metrológica

de cada valor de entrada debería ir en **proporción a su contribución relativa al resultado de la medición.**

Dado que un **patrón** es la realización de la definición de una magnitud dada, con un **valor determinado** y una **incertidumbre de medida asociada**, tomada como referencia, y que, según la nota 1 de la definición 5.1 de VIM, la “realización de la definición de una magnitud dada” puede establecerse mediante un sistema de medida, una medida materializada o un **material de referencia**, un material de referencia certificado es un patrón. Por tanto, no puede existir un material de referencia certificado que carezca de trazabilidad metrológica y **solamente un material de referencia certificado aporta trazabilidad metrológica**. Un material de referencia sin especificar que es certificado es, por definición, homogéneo y estable, pero no puede presuponerse que disponga de trazabilidad metrológica.

El Vocabulario Internacional de Metrología (VIM) define un material de referencia certificado como un material de referencia acompañado por la documentación emitida por un organismo autorizado, que proporciona uno o varios valores de propiedades especificadas, con incertidumbres y **trazabilidades** asociadas, empleando procedimientos válidos.

Tal y como se indica en el documento ILAC P-10, que describe la política de trazabilidad metrológica, y en la NT-74, documento que adapta esta política a escala nacional y elaborado por ENAC, un material de referencia certificado asegura su trazabilidad metrológica si proviene de un laboratorio nacional y la producción de dicho material de referencia está incluida en la base de datos BIPM KCDB, si ha sido producido por un productor de materiales de referencia acreditado y si está incluido en su alcance de acreditación, o bien, para medidas en el campo de la medicina, está incluido en la base de datos JCTLM, *Joint Committee for Traceability in Laboratory Medicine*.

¿Qué debemos entender por productor de materiales de referencia competente?

La norma que permite evaluar la competencia técnica de un productor de materiales de referencia es la norma ISO 17034:2016 que establece los requisitos generales para la competencia de los productores de materiales de referencia, incluyendo los materiales de referencia certificados. El cumplimiento de todos los requisitos incluidos en esta norma, aplicables a su caso particular, permitiría concluir que un determinado productor es competente. Sin embargo, solo la evaluación por un tercero (organismo de acreditación) y posterior atestación manifestando la demostración formal de su competencia, proporciona evidencia incontestable. Por tanto, sólo está demostrado que los productores de materiales de referencia acreditados por organismos de acreditación firmantes de los acuerdos de reconocimiento mutuo o que son institutos nacionales de metrología con materiales de referencia incluidos en la base de datos BIPM KCDB son técnicamente competentes además de los que están incluidos en la base de datos JCTLM, *Joint Committee for Traceability in Laboratory Medicine* en el campo de la medicina.

El papel de los materiales de referencia certificados en el establecimiento de la trazabilidad metrológica

El documento ISO Guide 33, *Reference Materials – Good practice in using reference materials* enumera y describe en profundidad las posibles aplicaciones de los materiales de referencia, como son evaluación de la precisión, evaluación del sesgo, calibración, asignación de valores a otros materiales y establecimiento de escalas convencionales. En la tabla A.1 de su Anexo A se puede constatar que todo lo relacionado con la utilización del valor de referencia de una propiedad para determinar sesgo o aportar un valor a partir del cual se construye una función de calibración o escala precisa de trazabilidad metrológica y, por tanto, sólo puede ser llevado a cabo con materiales de referencia certificados.

Existe una gran variedad de materiales de referencia de acuerdo con su forma, composición y el tipo de propiedades que materializan o representan, tal y como se indica en el apartado 13 de ISO Guide 33, lo cual permitirá la realización de medidas de propiedades muy distintas con trazabilidad metrológica siempre que los materiales de referencia utilizados sean certificados. Es decir, la existencia de la variedad de materiales de referencia que se cita a continuación proporciona trazabilidad metrológica a medidas en las que no es suficiente con citar la propia magnitud, sino que requieren información adicional para poder ser comprendidas, por ejemplo, la naturaleza de la sustancia:

- Sustancias puras que pueden certificar la pureza del compuesto químico o propiedades físicas intrínsecas de la sustancia, por ejemplo, el punto de fusión o la viscosidad.
- Disoluciones patrón o mezcla de gases, preparadas, por ejemplo, a partir de sustancias puras mediante gravimetría.
- Materiales de referencia con efecto matriz preparadas a partir de componentes naturales o mediante síntesis y que materializan valores de propiedades, por ejemplo, contenido en un cierto elemento o compuesto en la matriz o producto de interés.
- Materiales de referencia de propiedades físicas, caracterizadas por propiedades como, por ejemplo, número de octanos, absorbancia, dureza.
- Artefactos de referencia caracterizados en cuanto a propiedades funcionales como olor, sabor y otras como tipo de fibra, tipo de fase, etc.

La guía “Trazabilidad metrológica en la medición química” elaborada por EURACHEM/CITAC, en su edición española de 2020, pone de manifiesto que, en química analítica, aunque podría aplicarse a otras muchas áreas, muchas de las magnitudes físicas utilizadas en la medición de rutina se basan en calibraciones bien establecidas y realizadas por laboratorios que han demostrado su competencia específica para la tarea, por lo que el establecimiento de la trazabilidad metrológica de estas magnitudes es sencillo. Sin embargo, los valores de las magnitudes químicas involucradas se obtienen de una amplia gama de materiales de referencia y datos con origen y procedencia variables. Si los productores de estos materiales de referencia no han demostrado su competencia para la producción específica de dichos materiales o bien no cuentan con una documentación de las propiedades especificadas, con incertidumbres

y **trazabilidades** asociadas, no podemos asegurar que sean certificados. En este caso, tendríamos de una cadena de trazabilidad metrológica con eslabones muy desiguales, robustos en cuanto a las propiedades físicas aportadas por laboratorios acreditados respecto a ISO/IEC 17025 pero endeble para las propiedades que provienen de la gran variabilidad de materiales de referencia. Como consecuencia, la validez de la medida sería cuestionable.

La necesidad de materiales de referencia que se adapte al uso concreto se evidencia en el siguiente ejemplo. Si queremos medir la masa de un objeto, elegiremos una balanza calibrada con una incertidumbre compatible con la tolerancia de la masa que pueda tener el objeto. Imaginemos que el objeto es una muestra de una sustancia de la cual queremos conocer no solamente su masa sino también el contenido en un determinado elemento y que, para determinarlo, usamos un método de análisis químico que requiere la puesta en disolución de la sustancia. Si no trabajamos con una **referencia** que, de alguna forma, sufra el mismo proceso que la muestra durante todo el proceso preanalítico y analítico, no podremos asegurar la trazabilidad metrológica de los resultados, aunque nuestros equipos estén muy bien calibrados. Este aspecto es el que cubren los materiales de referencia certificados, en este caso, con efecto matriz.

Conclusión

Si bien el concepto “material de referencia certificado” y el uso de estos materiales no es en absoluto novedoso, la publicación de la norma ISO/IEC 17025:2017 y su apoyo tanto en la norma ISO 17034 como en la ISO Guide 33 supuso el reconocimiento de una forma sistemática de la evaluación de la competencia de los productores de materiales de referencia y la explicación rigurosa y centrada en la práctica de la diferencia entre un material de referencia y un material de referencia certificado.

Lo indicado en el párrafo anterior es clave para el desarrollo de los materiales de referencia certificados y para poder asegurar medidas metrológicamente trazables (con la indicación de la fuente a la que son trazables). Pero, es esencial recordar que dos de los hitos que han impulsado la utilización de materiales de referencia certificados son, por una parte, la decisión de transformar el documento ISO Guide 34 en una norma de evaluación de la conformidad, ISO 17034, y, por otra, la aprobación de un acuerdo de reconocimiento multilateral de ILAC para este esquema de acreditación en abril del año 2020, dado que ambos suponen un gran avance en la constatación de que laboratorios, independientemente del lugar y sector en el que operen, pueden llevar a cabo medidas muy diversas asegurando la trazabilidad metrológica.