

Jornada de Cierre

PROINSA 2012



# Calidad de Resultados de Laboratorio

23 de noviembre de 2012



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación

Tabla 1  
Datos enviados por los participantes

| Nº part | pH 1:2,5 (agua) |        |        | Carbono org. Oxidable (g/100g) |        |        | Nitrógeno total (g/100g) |        |        | Fósforo extraíble (mg/kg) |        |        |
|---------|-----------------|--------|--------|--------------------------------|--------|--------|--------------------------|--------|--------|---------------------------|--------|--------|
|         | Dato 1          | Dato 2 | Dato 3 | Dato 1                         | Dato 2 | Dato 3 | Dato 1                   | Dato 2 | Dato 3 | Dato 1                    | Dato 2 | Dato 3 |
| 1       | 5,41            | 5,40   | 5,39   | 3,65                           | 3,65   | 3,65   | ni                       | ni     | ni     | ni                        | ni     | ni     |
| 2       | 6,4             | 6,5    | 6,5    | 1,43                           | 1,41   | 1,36   | 0,185                    | 0,175  | 0,183  | 4,95                      | 4,58   | 4,77   |
| 3       | 6,43            | 6,42   | 6,40   | 1,43                           | 1,45   | 1,45   | 0,14                     | 0,14   | 0,15   | 22,8                      | 22,8   | 22,4   |
| 4       | 6,07            | 6,10   | 6,08   | 2,043                          | 2,041  | 2,075  | 0,177                    | 0,174  | 0,172  | 24,50                     | 24,61  | 24,49  |
| 5       | 6,09            | 6,11   | 6,09   | 1,56                           | 1,57   | 1,57   | 0,194                    | 0,194  | 0,193  | 12,4                      | 12,6   | 12,6   |
| 6       | 6,0             | 5,9    | 5,9    | 1,62                           | 1,63   | 1,64   | 0,18                     | 0,18   | 0,18   | 22,6                      | 22,7   | 22,9   |
| 7       | 5,50            | 5,68   | 5,44   | 1,56                           | 1,55   | 1,55   | 0,21                     | 0,21   | 0,20   | 26,83                     | 27,42  | 27,20  |
| 8       | 6,13            | 6,13   | 6,11   | 1,53                           | 1,6    | 1,54   | 0,2                      | 0,205  | 0,206  | 25,19                     | 25,29  | 24,16  |
| 9       | 6,24            | 6,25   | 6,26   | 1,84                           | 1,87   | 1,81   | 0,17                     | 0,16   | 0,17   | 27,96                     | 25,31  | 26,57  |
| 10      | 6,48            | 6,55   | 6,50   | 1,85                           | 1,83   | 1,91   | 0,18                     | 0,18   | 0,18   | 31,5                      | 33,3   | 32,1   |
| 11      | 6,04            | 5,89   | 5,95   | 1,42                           | 1,42   | 1,46   | ni                       | ni     | ni     | 17,63                     | 17,53  | 17,53  |
| 12      | 6,1             | 6,0    | 6,0    | 1,5                            | 1,5    | 1,5    | 0,20                     | 0,20   | 0,20   | 23,4                      | 25,0   | 23,5   |
| 13      | 6,23            | 6,29   | 6,26   | 1,50                           | 1,47   | 1,48   | 0,19                     | 0,18   | 0,19   | 23,6                      | 23,6   | 23,2   |
| 14      | 5,98            | 5,97   | 5,98   | 1,531                          | 1,558  | 1,594  | ni                       | ni     | ni     | 19,47                     | 19,96  | 19,81  |
| 15      | 6,34            | 6,33   | 6,33   | 1,718                          | 1,726  | 1,686  | 0,171                    | 0,170  | 0,166  | 19,81                     | 20,02  | 19,57  |
| 16      | 5,7             | 5,8    | 5,7    | 1,39                           | 1,33   | 1,33   | 0,157                    | 0,157  | 0,155  | 27,4                      | 27,2   | 27,6   |
| 17      | 6,70            | 6,73   | 6,80   | 1,48                           | 1,48   | 1,47   | 0,16                     | 0,16   | 0,16   | 45,8                      | 46,6   | 48,2   |
| 18      | 6,02            | 6,01   | 5,94   | 1,98                           | 2,05   | 2,09   | 0,152                    | 0,149  | 0,162  | 27,4                      | 27,2   | 25,8   |
| 19      | 6,0             | 6,0    | 6,1    | 2,2                            | 2,0    | 2,2    | ni                       | ni     | ni     | 22,0                      | 23,5   | 23,8   |
| 20      | 5,6             | 5,8    | 6      | 1,6                            | 1,6    | 1,6    | 0,19                     | 0,19   | 0,19   | 30,4                      | 30,2   | 28,7   |
| 21      | 6,24            | 6,21   | 6,24   | 1,65                           | 1,64   | 1,64   | ni                       | ni     | ni     | 28,15                     | 27,37  | 27,44  |
| 22      | 6,10            | 6,12   | 6,12   | 2,11                           | 2,20   | 2,20   | 0,13                     | 0,13   | 0,13   | 23,62                     | 23,99  | 24,89  |
| 23      | 6,04            | 5,97   | 6,02   | 1,63                           | 1,62   | 1,64   | 0,160                    | 0,172  | 0,176  | 26,6                      | 24,6   | 25,0   |
| 24      | 5,95            | 5,99   | 5,93   | 1,60                           | 1,63   | 1,57   | 0,179                    | 0,183  | 0,188  | 23,2                      | 23,7   | 22,4   |
| 25      | 5,97            | 5,94   | 5,98   | 2,05                           | 1,95   | 1,85   | 0,204                    | 0,204  | 0,200  | 28                        | 28     | 28     |
| 26      | 5,60            | 5,60   | 6,00   | 1,50                           | 1,50   | 1,65   | 0,175                    | 0,175  | 0,172  | 30,6                      | 31,2   | 30,9   |
| 27      | 6,71            | 6,66   | 6,69   | 1,46                           | 1,43   | 1,48   | 0,16                     | 0,15   | 0,14   | 35                        | 34     | 35     |
| 28      | 6,25            | 6,11   | 6,08   | 2,147                          | 2,388  | 2,382  | ni                       | ni     | ni     | 19,14                     | 18,61  | 18,81  |
| 29      | 6,10            | 6,11   | 6,10   | 1,57                           | 1,56   | 1,60   | 0,197                    | 0,197  | 0,195  | 31,3                      | 30,8   | 31,6   |
| 30      | 6,2             | 6,1    | 6,2    | 1,9                            | 1,9    | 1,9    | 0,20                     | 0,19   | 0,19   | 36,1                      | 35,9   | 36,1   |
| 31      | 5,87            | 5,85   | 5,94   | 1,63                           | 1,66   | 1,64   | ni                       | ni     | ni     | 24,36                     | 23,75  | 24,21  |
| 32      | 6,20            | 6,18   | 6,25   | 1,76                           | 1,69   | 1,7    | 0,173                    | 0,180  | 0,175  | 27,2                      | 26,4   | 26,2   |
| 33      | 5,86            | 5,85   | 5,88   | 1,55                           | 1,53   | 1,59   | ni                       | ni     | ni     | 22,7                      | 23,4   | 23,4   |

## Resultados

| Parámetro                          | Valor medio interlaboratorio | Desviación estándar interlab. (s*) | Desviación estándar interlab. relativa porcentual (%) |
|------------------------------------|------------------------------|------------------------------------|---|
| Carbono orgánico oxidable (g/100g) | 1,71                         | 0,26                               | 15,2  |

ni: no informa

Tabla 1  
Datos enviados por los

| N° part | pH 1:2,5 (agua) |        |        | Carbono org. Oxidable (g/100g) |        |        | Dato 4 |
|---------|-----------------|--------|--------|--------------------------------|--------|--------|--------|
|         | Dato 1          | Dato 2 | Dato 3 | Dato 1                         | Dato 2 | Dato 3 |        |
| 1       | 5,41            | 5,40   | 5,39   | 3,65                           | 3,65   | 3,65   | n      |
| 2       | 6,4             | 6,5    | 6,5    | 1,43                           | 1,41   | 1,36   | 0,1    |
| 3       | 6,43            | 6,42   | 6,40   | 1,43                           | 1,45   | 1,45   | 0,1    |
| 4       | 6,07            | 6,10   | 6,08   | 2,043                          | 2,041  | 2,075  | 0,1    |
| 5       | 6,09            | 6,11   | 6,09   | 1,56                           | 1,57   | 1,57   | 0,1    |

## Resultados

| Parámetro                          | Valor medio interlaboratorio | Desviación estándar interlab. (s*) | Desviación estándar interlab. relativa porcentual (%) |
|------------------------------------|------------------------------|------------------------------------|---|
| Carbono orgánico oxidable (g/100g) | 1,71                         | 0,26                               | 15,2  |



# INCERTIDUMBRE



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



**$(13,24 \pm 0,02) \text{ g}$  /  $13,24 \text{ g} \pm 0,02 \text{ g}$**



## **INCERTIDUMBRE**

El resultado de una medición no es un valor  
... *es un rango disperso de valores,*  
todos compatibles con la medición.

**$(13,24 \pm 0,02) \text{ g}$  /  $13,24 \text{ g} \pm 0,02 \text{ g}$**



# INCERTIDUMBRE

~~**$13,24 \text{ g} \pm 0,0223 \text{ g}$**~~

**$(13,24 \pm 0,02) \text{ g}$  /  $13,24 \text{ g} \pm 0,02 \text{ g}$**



# INCERTIDUMBRE

~~**$13,24762 \text{ g} \pm 0,02 \text{ g}$**~~

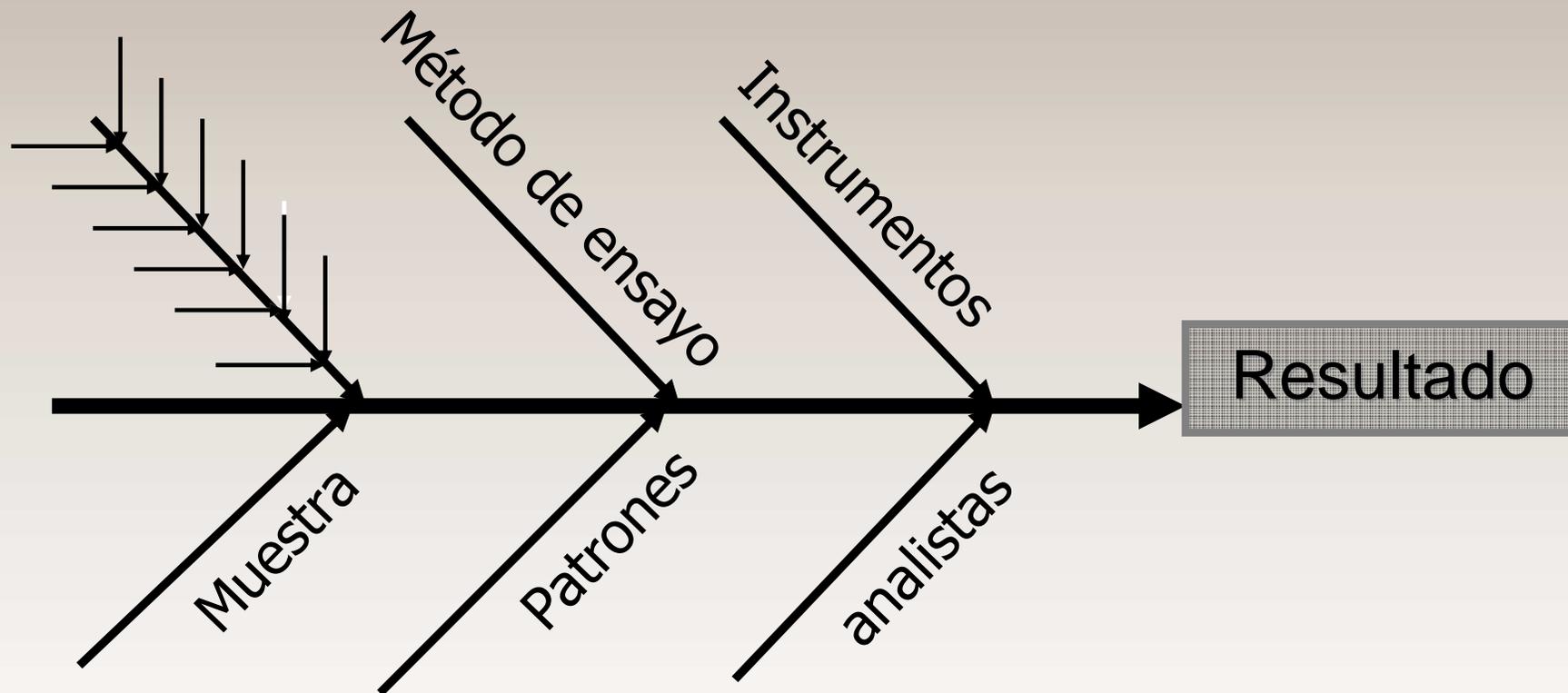
# Errores

Sistemáticos

Aleatorios

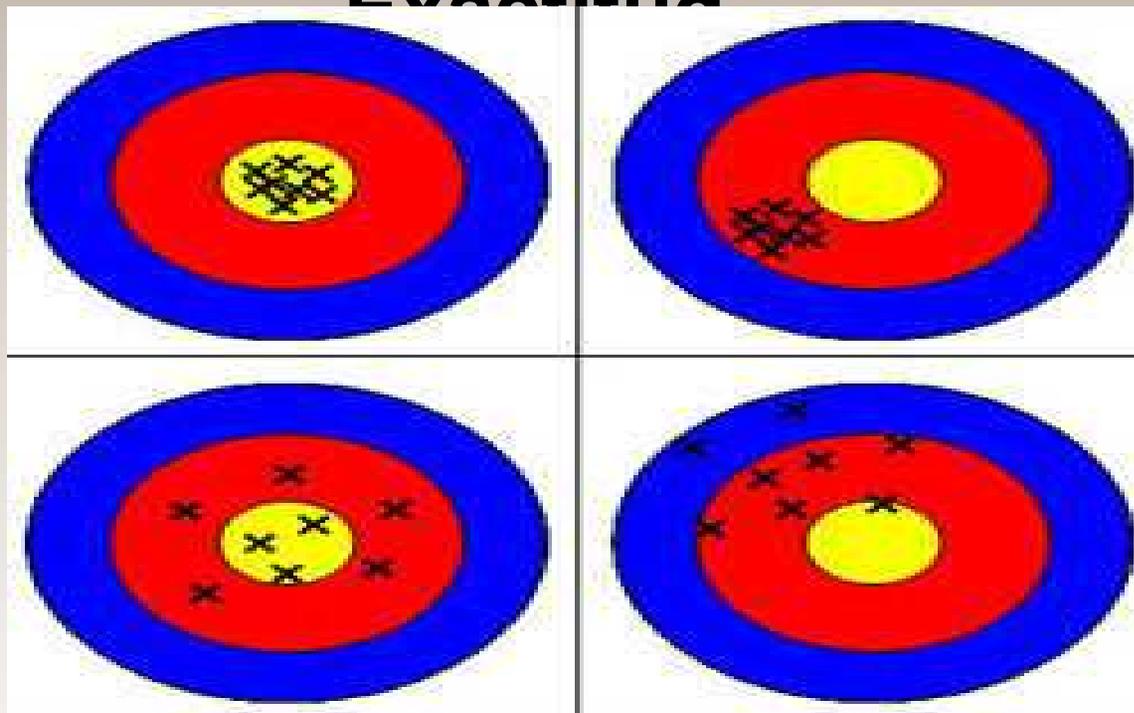
~~Groseros~~

# Fuentes de Incertidumbre



**Otras Herramientas**

# Precisión – Veracidad/Justeza – Exactitud



## Exactitud

Cercanía del resultado de una medición de su valor más probable

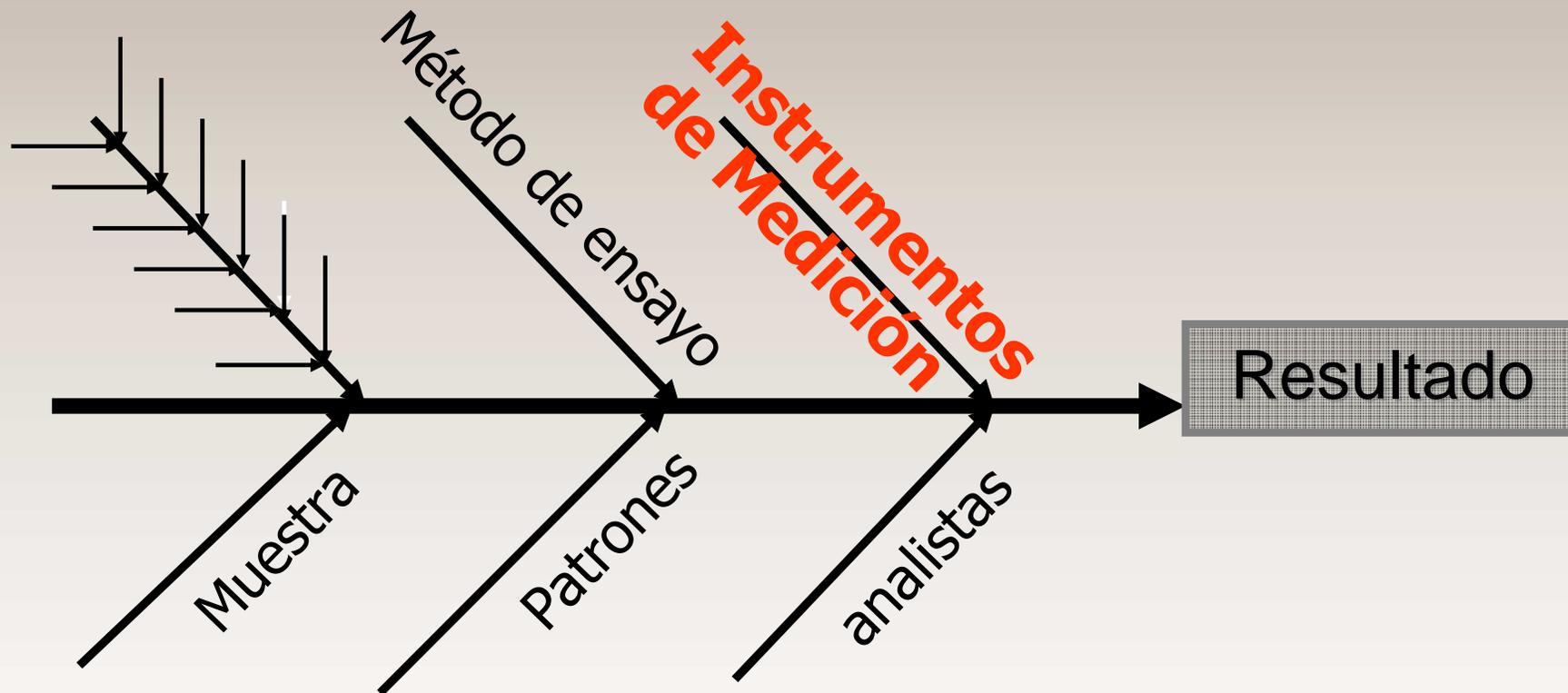
# ***CALIDAD de RESULTADOS***

**$(1,71 \pm 0,26)$  g/100g**

~~**$(2,461 \pm 0,56)$  g/100g**~~



# Fuentes de Incertidumbre



**IRAM 301 – ISO/IEC 17025**  
**Requisitos Técnicos**

**Equipos**  
**Trazabilidad de las mediciones**



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



# Gestión de Equipos

Todos los equipos con influencia directa o indirecta en los resultados de los análisis (equipos críticos) deben estar incluidos en ella.

**Procedimiento de Gestión de Equipos**  
**Listado Maestro de Equipos**  
**Legajo de Equipos**  
**Etiquetas**  
**Programa de**  
**Calibraciones/Verificaciones/Mantenimiento**  
**Registro de verificaciones internas**



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación

# Gestión de RRHH

Contar con *personal capacitado*

Definir *responsabilidades*

Registro de *calificación* del personal

Calicut, 15 de noviembre de 2012

Estimados:

Envié por medio de la presente el listado de los apellidos con sus datos laborales y aptitudes, en el ámbito del Curso "Actualización en Química para el personal de los laboratorios de la INIA".

**Instituto de Suelos (INIA)**

| Nombre y Apellido      | DNI      | Legajo | Formación  |
|------------------------|----------|--------|------------|
| López Ramón Alberto    | 17050975 | 10443  | Secundaria |
| Maselli Nicolás        | 30081860 | 21067  | Secundaria |
| Maldonado Ana Eugenia  | 11010285 | 14755  | Primaria   |
| Bentley Romula         | 1756280  | 13568  | Primaria   |
| Escobar Patricia       | 1850121  | 17077  | Secundaria |
| Kalmborg Teresita      | 12344702 | 10442  | Primaria   |
| Dieguez Javier         | 30371038 | 21041  | Secundaria |
| Becerra Juan Francisco | 31045190 | 20010  | Secundaria |

**IEA Paraná - Laboratorio de Suelos**

| Nombre y Apellido  | DNI      | Legajo | Formación  |
|--------------------|----------|--------|------------|
| Albry Pablo Javier | 21997905 | 18129  | Secundaria |
| Capellacci Marcelo | 32403943 | 20485  | Secundaria |
| Hassenzweig Carlos | 8909603  | 9524   | Secundaria |

**IEA Corra Azul - Laboratorio de Suelos y Agua**

| Nombre y Apellido  | DNI      | Legajo | Formación  |
|--------------------|----------|--------|------------|
| Ternavaca Fernando | 24143364 | 18758  | Secundaria |

**Instituto de Microbiología y Zootecnia Agrícola (IDIZA)**

| Nombre y Apellido | DNI      | Legajo | Formación  |
|-------------------|----------|--------|------------|
| Días Eduardo Luis | 22924398 | 17259  | Secundaria |

Saludo muy atto.

  
María Dolores  
Leg 14190  
DNI 14381331

## Gestión de RRHH

### *Director Técnico*

Gestionar recursos, controlar equipos que ingresan vs. requisitos técnicos, supervisar el Programa de calibraciones, asegurar capacitación y entrenamiento de los operadores, etc.

### *Responsable de Calidad*

Documentación, recepción y control inicial, verificación de su funcionamiento adecuado, detección de los equipos que no cumplen con los requisitos, segregarlos e identificarlos.

### *Técnico de laboratorio / Auxiliar de laboratorio / Operador*

Conservar el buen estado operativo de los equipos, informar si detecta anomalías en alguno de ellos y suspender su uso y segregarlo hasta que sea revisado

# Procedimiento de Gestión de Equipos



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación





**!!!ATENCIÓN!!!**

La balanza es el instrumento de medida de mayor precisión en el laboratorio y también es utilizado para calibrar otros instrumentos y materiales. Por este motivo, cuando trabaje con ella **SEA MUY CUIDADOSO y RESPETE** las siguientes reglas:

**1° !!!ORDEN Y LIMPIEZA!!!**

Verifique que el sector de pesada se encuentre en buenas condiciones. Si no fuera así demándeselo al usuario anterior y garantice su realización. No utilice solventes ni productos de limpieza (jabones, detergentes, etc.) en la balanza. Para el gabinete exterior use un paño ligeramente humedecido con agua y en la cámara de pesada un pincel de cerdas finas o insuflé aire mediante una "sopla" de goma.

**2° Conecte la balanza por lo menos 30 minutos antes de la primera pesada.**

Mejor aún, deje la balanza conectada de modo permanente. De esa manera se eliminan las posibles derivas del cero y de sensibilidad, producidas por la fase de calentamiento de la balanza.

**3° Verifique que la balanza esté nivelada**

Las balanzas mecánicas utilizan la fuerza de gravedad para comparar masas colocadas en los extremos de una palanca (cruz). Cualquier inclinación modifica el momento de palanca y por lo tanto la comparación de las masas.

**4° Antes de iniciar la pesada:**

- a. **verifique que la balanza señala exactamente cero y no tenga colocada ninguna tara.**
- b. **Realice el control con la "pesa control" y registre el valor.** Si el valor registrado cae fuera del rango de aceptación notifique la falla y coloque un cartel con la leyenda **"EQUIPO FUERA DE SERVICIO"**

**5° Mantenga la ventanilla de la cámara de pesada cerrada.**

Ábrala solo para poner o sacar el recipiente de pesar, de esa manera se evitan oscilaciones en la lectura por corrientes de aire.

**6° Coloque su carga suavemente y en el centro del platillo.**

De esa manera evitará posibles errores por carga descentrada y daños en la balanza.

**7° Utilice en cualquier caso el recipiente de tara lo menor posible.**

Para no disminuir la capacidad total de pesada y el rango de sensibilidad.

**8° Mantenga limpios la cámara de pesada y el platillo.**

Utilice para pesar exclusivamente recipientes de tara limpios. El peso de cuerpos extraños y la suciedad alteran el resultado de pesada.

**9° Si la humedad del aire es inferior a 30-40% no use recipientes de plástico, ni de vidrio.**

Se corre el riesgo de que el recipiente de tara se cargue electrostáticamente.

**10° Deje la balanza y el sector de pesada en buenas condiciones**

Ordene y limpie el sector, y asegúrese que la balanza queda sin carga y desarrestada.

# Procedimiento de Gestión de Equipos

|  |                  |                 |        |  |
|--|------------------|-----------------|--------|--|
|  | Elaboró          | Revisó          | Aprobó | Código:LS-<br>Versión: 0<br>Fecha <u>  </u> / <u>  </u> / <u>  </u><br>Página 1 de <u>  </u> |
|  | Miriam Ostinelli | Daniel Carreira |        |  |





**ANTES DE PESAR, VERIFIQUE**

- Que el área entorno a la balanza esté limpia y despejada. Si no fuera así, pase un paño ligeramente húmedo sobre la zona alrededor de la balanza, sin tocar el equipo.
- Que la balanza se encuentre encendida o en Stand-by. Si no lo estuviera, verifique que esté enchufada, enciéndala presionando **POWER**, y espere 30 minutos antes de usarla.
- Que la burbuja del indicador de nivel (en la parte posterior izquierda de la balanza) se encuentre centrada. De no ser así, utilice las rueditas de nivelación ubicadas en tres soportes de la balanza para centrarla.
- Que el platillo esté limpio. Si estuviera sucio, límpielo **delicadamente** pasando un pincel sobre el platillo. **NO USE PAÑOS HUMEDOS NI SOLVENTES.**

**PROCEDIMIENTO**

1- Siéntese frente al equipo sin apoyarse sobre la mesada y cierre la puerta de la sala, de manera de evitar toda corriente de aire.

2- Presione **POWER**. Aparecerán los dígitos 0,000 con la unidad de pesada (g) junto a una flecha → centrada en el lado izquierdo del visor digital, que indica estabilidad.



3- Abra la tapa superior de acrílico e introduzca el recipiente de pesada. Cierre la tapa y luego presione **0/T**. El visor debe quedar en 0,000 g y debe aparecer en el lado izquierdo la flecha → indicando tara estable.

4- A través de la abertura circular en la tapa de la balanza y valiéndose de una cuchara, vierta la sustancia a pesar, de a poco, de manera de ir alcanzando de a un dígito, desde la coma hacia la derecha, el peso buscado. Cada vez que verifique el peso, espere la aparición de la flecha →.

Ejemplo: para pesar 0.352 g: busco primero el 0.3, luego el 0.35 y finalmente el 0.352 ± la incertidumbre admitida.

5- Una vez lograda la pesada, abra la tapa y retire el recipiente.

6- Cierre la tapa y oprima **0/T** para que la balanza quede en 0,000. Aparecerá la flecha →.

7- Presione **POWER**, la luz del visor digital se apagará y aparecerá en el margen inferior derecho la leyenda STAND-BY.

**No desenchufe la balanza, la misma queda en stand-by.  
Deje la zona limpia y ordenada.**

|  |                  |                 |        |  |
|--|------------------|-----------------|--------|--|
|  | Elaboró          | Revisó          | Aprobó | Código:LS-<br>Versión: 0<br>Fecha: 10/11/2022<br>Página 1 de |
|  | Miriam Ostinelli | Daniel Carreira |        |  |

# Procedimiento de Gestión de Equipos



# Listado Maestro de Equipos

|   |  |
|---|--|
| LabIS - Laboratorio del Instituto Suelos  |  |
|    | <b>REGISTRO</b><br><b>Listado Maestro de Equipos</b> |
|  |  |

| Denominación                                | Identificación | Fecha de Alta | Responsable        | Personal Autorizado  | Ubicación      | Observaciones                     |
|---|----------------|---------------|--------------------|--|----------------|-----------------------------------|
| Agitador orbital                            | Ag1            | 02/04/2007    | Teresita Kalemborg | Marcelo Beltrán<br>Beba Kanemano   | Laboratorio 26 | Estado: Bueno<br>Funciona: Si     |
| Agitador vaina                              | Ag2            | 02/04/2007    | Patricia Irazoqui  | Patricia Irazoqui<br>Teresita Kalemborg  | Laboratorio 26 | Estado: Bueno<br>Funciona: Si     |
| Agitador oscilante                          | Ag3            | 02/04/2007    | Miriam Ostinelli   | Ana Maldonado<br>Miriam Ostinelli  | Laboratorio 29 | Estado: Bueno<br>Funciona: Si     |
| Balanza Mettler P1306N                      | Ba11           | 02/04/2007    | Teresita Kalemborg | Marcelo Beltrán<br>Beba Kanemano   | Laboratorio 26 | Estado: Bueno<br>Funciona: Si     |
| Balanza Mettler P162N                       | Ba12           | 02/04/2007    | Patricia Irazoqui  | Patricia Irazoqui<br>Ana Maldonado   |                | Estado: Bueno<br>Funciona: Si     |
| Balanza Mettler H10w                        | Ba13           | 02/04/2007    | Alberto Lopez      | Alberto Lopez<br>Teresita Kalemborg  |                | Estado: Bueno<br>Funciona: Si     |
| Balanza Mettler H10T                        | Ba14           | 02/04/2007    | Ana Maldonado      | Miriam Ostinelli<br>Daniel Carreira  | Laboratorio 29 | Estado: Bueno<br>Funciona: Si     |
| Balanza Mettler H10                         | Ba15           | 02/04/2007    | Carlos Dagostino   | Mariana Kade<br>Carlos Dagostino   | Laboratorio 40 | Estado: Bueno<br>Funciona: Si     |
| Balanza CAS - CUX 620 H                     | Ba16           | 05/08/2009    | Marcelo Beltrán    |  | Laboratorio 26 | Estado: Muy bueno<br>Funciona: Si |
| Balanza Ohaus Pioneer PA214                 | Ba17           | 05/08/2009    | Edg Otero Estrada  |  |                | Estado: Muy bueno<br>Funciona: Si |
| Balanza Ohaus Pioneer PA214                 | Ba18           | 06/09/2010    | Miriam Ostinelli   | Miriam Ostinelli<br>Daniel Carreira  | Laboratorio 42 | Estado: Muy bueno<br>Funciona: Si |
| Espectrofotómetro Milton Roy Spectronic 601 | UV-V1          | 02/04/2007    | Patricia Irazoqui  | Patricia Irazoqui<br>Teresita Kalemborg  | Laboratorio 26 | Estado: Bueno<br>Funciona: Si     |
| Espectrofotómetro Metrohm M-1700            | UV-V2          | 05/08/2009    | Marcelo Beltrán    | Marcelo Beltrán<br>Beba Kanemano<br>Edg Otero Estrada<br>Miriam Ostinelli<br>Daniel Carreira |                | Estado: Bueno<br>Funciona: Si     |

|   |                  |                  |                 |  |
|---|------------------|------------------|-----------------|--|
|  | Elaboró          | Revisó           | Aprobó          | Código: LS-<br>Version: 0<br>Fecha vig.: 11/11/2011<br>Página 1 de 1 |
|   | Miriam Ostinelli | Miriam Ostinelli | Daniel Carreira |  |







# Etiquetas



**Laboratorio:**

**ID:**

**Vencimiento de Calibración:**

**Aptitud de Uso: Apto / No Apto**

**Firma:**



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



...medir para conocer...

...conocer para mejorar!



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



Calibrar

Verificar

Ajustar



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



# CALIBRAR

Determinar la desviación entre el valor medido y el valor de referencia de la magnitud medida en condiciones predeterminadas

Es una operación que permite asegurar la trazabilidad a estándares de referencia internacionales.

# VERIFICAR

Confirmación mediante examen y suministro de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos especificados



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación

# AJUSTAR

Después de determinar la desviación entre el valor medido y el valor real de la magnitud medida en condiciones predeterminadas,  
***realizar una corrección para eliminar el error sistemático***

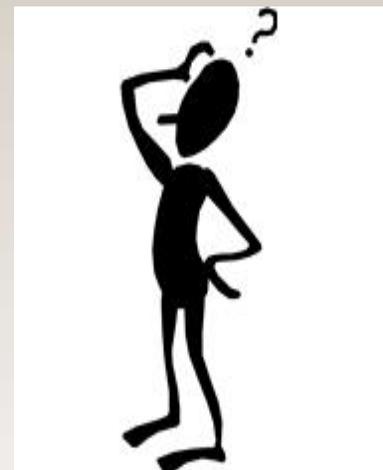


# MASA

# ¿Dónde ubicamos la balanza ?

En un sector no afectado por:

- ✓ corrientes de aire
- ✓ polución
- ✓ fuentes de calor
- ✓ vibraciones
- ✓ campos magnéticos
- ✓ cambios bruscos de temperatura
- ✓ humedad excesivamente alta o baja



# Mesada

## Características

- ✓ base y plataforma de alta inercia y montada sobre tacos antivibratorios
- ✓ rígida (no debe ceder durante las operaciones de medida)
- ✓ antimagnética y estar protegida de cargas electrostáticas

Ubicarla en los sitios más estables de la construcción

# Cuidados básicos

- ✓ Nivelar la balanza.
- ✓ Mantenerla conectada en modo "stand by"
- ✓ Mantener la cámara de medida y el plato limpios.
- ✓ Usar elementos de pesada limpios y secos.
- ✓ Sólo pesar materiales que estén a temperatura ambiente
- ✓ Utilizar, en lo posible, pinza para manipular los recipientes
- ✓ Mantener la cámara cerrada durante la pesada
- ✓ En balanza mecánica, mantenerla arrestada al cargar o descargar el platillo.

# CALIBRACIÓN



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



# CALIBRAR

Determinar la desviación entre el valor medido y el valor de referencia de la magnitud medida en condiciones predeterminadas

Es una operación que permite asegurar la trazabilidad a estándares de referencia internacionales.

# Trazabilidad en MASA

- **Patrones internacionales.** Pt-Ir (20)  
Calibración cada 40 años
- **Patrones de referencia internacional .** Acero especial.  
Calibración cada 10 años
- **Patrones nacionales.** Acero especial.  
Calibración cada 5 años
- **Pesas.** Clases establecidas por la OIML



# Pesas OIML

## Clases

**E1**

**E2**

**F1**

**F2**

**M1**

**M2**

**M3**



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



# Cuidados



**Transporte**

**Almacenamiento**



# Cuidados



## Manipulación

## Limpieza



# ¿Qué tener en cuenta al calibrar?

- ✓ Características de la balanza y datos del cliente.
- ✓ Condiciones ambientales (presión atmosférica, temperatura y humedad ambiente, etc.), tiempo de calibración, incertidumbre de las pesas con que se calibrará
- ✓ Atemperar las pesas con las que se va a calibrar (temperatura estabilizada)
- ✓ Limpieza del sector y de la balanza
- ✓ Nivelación
- ✓ Balanza energizada, ajustada y en condiciones de operación normal
- ✓ Utilizar, en lo posible, pinza para manipular las pesas
- ✓ Mantener la cámara cerrada durante las pesadas y el control del 0

# ¿Qué medimos?

Repetibilidad

Excentricidad

Linealidad

Movilidad

Influencia de las condiciones ambientales

Incertidumbre de patrones

***Establecemos un criterio de aceptación***



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



# VOLUMEN



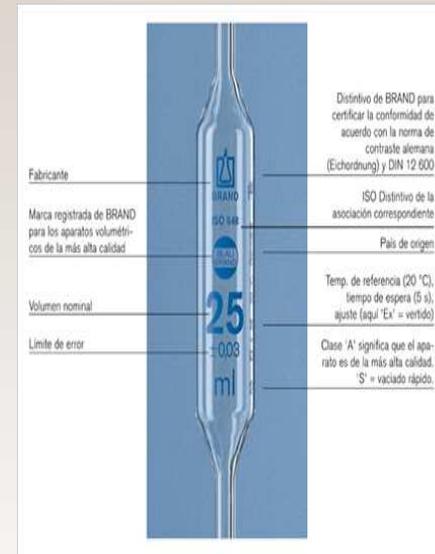
Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



# Material volumétrico (vidrio)

## Volumen escurrido "ex"

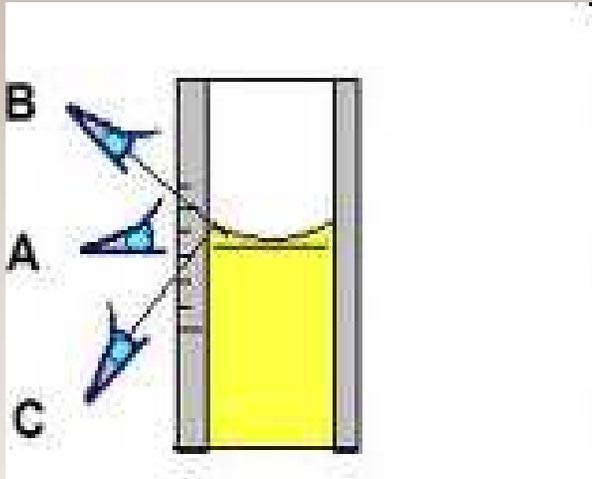
- Pipetas
- Buretas



## Volumen contenido "in"

- Matraces

# Principales fuente de error



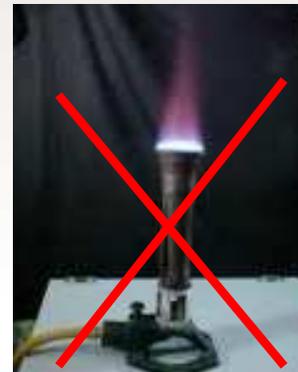
**Enrase incorrecto**



**Pérdidas**



**Calor**



**LIMPIEZA!!!**



|   |  |  |
|---|--|--|
| LabIS - Laboratorio del Instituto Suelos  |  |  |
|    | <b>Lavado del Material</b><br><b>Ensayo de P Bray I, Olsen o Total</b> |  |
|   | <b>Instructivo Operativo</b>   |  |
|  |  |  |

**MATERIAL UTILIZADO EN LA EXTRACCION (TUBOS FALCON Y EMBUDOS)**

- Lavar con abundante agua corriente utilizando, si fuera necesario, un cepillo para tubos de cerda fina hasta eliminar todo resto de suelo adherido.
- Enjuagar por lo menos tres veces con agua destilada
- Secar al aire manteniendo los elementos "boca abajo" sobre un papel absorbente libre de fosfatos

**MATERIAL UTILIZADO EN COLORIMETRIA (TUBOS DE ENSAYO, PROBETAS Y CUBETAS)**

- Sumergir todo el material, durante 1 hs., en una cuba plástica que contenga una solución de ácido clorhídrico (aprox. al 5 % v/v).
- Nota:** si el material fuera nuevo mantenerlo en dicha solución durante 24 hs.
- Lavar con abundante agua corriente.
- Enjuagar por lo menos tres veces con agua destilada.
- Secar al aire manteniendo los elementos "boca abajo" sobre un papel absorbente libre de fosfatos

**DISPENSADORES**

- Enjuagar con agua destilada todos los componentes de los elementos dispensadores que estuvieron en contacto con los reactivos
- Tapar herméticamente los recipientes contenedores de reactivos.

**MESADAS**

Mantener el orden y la limpieza en las mesadas de trabajo. Para su limpieza **NO utilizar detergentes**, solamente un paño húmedo.

**AMBIENTE DE TRABAJO**

Quedan **excluidas** del lugar de trabajo todas las sustancias que contengan apreciables cantidades de fosfatos como, polvo, jabones y detergentes, humo, etc.

|   |                  |                 |        |   |
|---|------------------|-----------------|--------|---|
|  | Elaboró          | Revisó          | Aprobó | Código:LS-<br>Versión: 0<br>Fecha <u>v.0.0</u><br>Página 1 de |
|   | Miriam Ostinelli | Daniel Carreira |        |   |

# LIMPIEZA!!!



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



# Material volumétrico (automático)



# Operación con pipetas automáticas



- ✓ Pipetas en posición vertical
- ✓ Buen ajuste del tip y sólo sumergir lo necesario
- ✓ Movimientos suaves

# Cuidados

- ✓ No debe ingresar líquido al cilindro de succión
- ✓ Evitar "pipetear" los agentes corrosivos fumantes (Nítrico, clorhídrico, etc) y solventes.
- ✓ En ambos casos desarmar y limpiar. Calibrar nuevamente
- ✓ En pipetas de volumen variable ajustar firmemente el volumen calibrado, y
- ✓ ***Siempre*** verificar su buen funcionamiento antes de usar

Formulario de control de equipos de laboratorio. Encabezado: Laboratorio del Instituto de Suelos, Labis, CARTA DE CONTROL DE EQUIPOS. Logos de INTA y RILSAV. Información de versión y fecha. Título: PIPETA..... VOLUMEN 1 ml. Tabla de control con columnas numeradas del 1 al 31 y filas de pesos (MASA en g) desde 1.011 hasta 0.890. Incluye un campo para la fecha y una instrucción de control.

| MASA (g) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 22 | 23 | 24 | 25 | 26 | 27 | 28 | 29 | 30 | 31 |
|----------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| 1.011    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.010    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.009    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.008    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.007    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.006    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.005    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.004    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.003    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.002    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.001    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 1.000    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.999    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.998    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.997    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.996    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.995    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.994    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.993    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.992    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.991    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.990    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 0.890    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |

Control: ..... FECHA: ..... Mes:.....Año:.....Control: Iniciales (Nombre y Ap.)

# CALIBRACIÓN



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



# ¿Qué tener en cuenta al calibrar?

- ✓ Condiciones ambientales (presión atmosférica, temperatura y humedad ambiente, etc.)
- ✓ Temperatura del agua con la que se va a calibrar estabilizada (no más de 0,5 °C durante toda la calibración)
- ✓ Limpieza del material a calibrar
- ✓ Incertidumbre de la balanza con la que se calibrará
- ✓ Enrase/operación
- ✓ Utilizar, en lo posible, pinza para manipular los recipientes
- ✓ Mantener la cámara cerrada durante la pesada

***Medimos repetibilidad***

***Establecemos un criterio de aceptación***

pH



# ¿Qué medimos?

Diferencia de potencial entre la muestra y el potencial de un electrodo de referencia

Ecuación de Nernst

$$E = E_0 + K \log [ A ]$$

**K** es conocida como la “PENDIENTE DEL ELECTRODO”

PENDIENTE IDEAL = 59.16 mV/unidad de pH a 25 °C

La pendiente depende de la temperatura

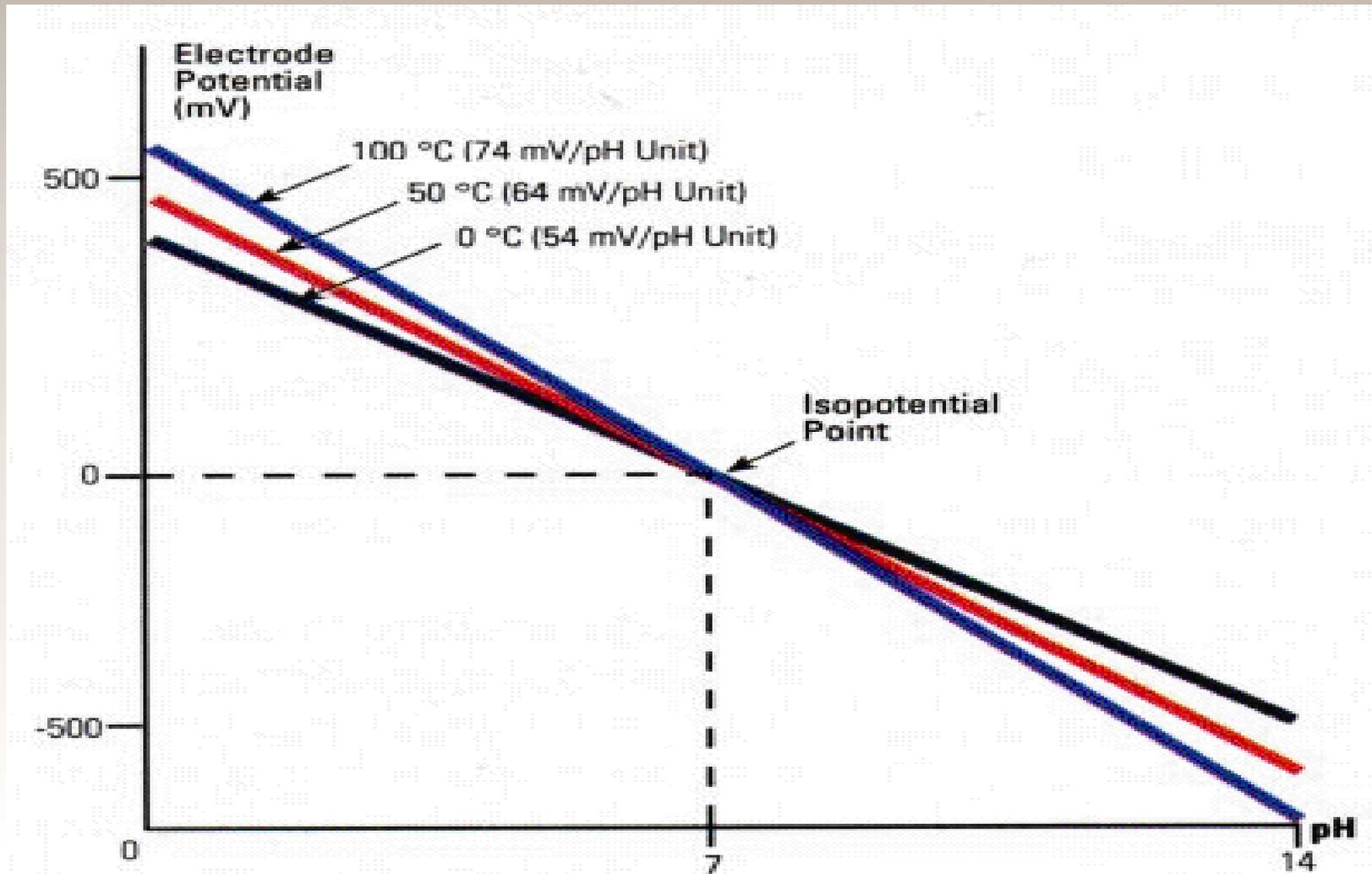
# Valores de Pendientes Teóricas en función de la Temperatura

| Temp (°C) | Pendiente (mV) |
|-----------|----------------|
| 0         | 54.20          |
| 10        | 56.19          |
| 20        | 58.17          |
| 25        | 59.16          |
| 30        | 60.16          |
| 35        | 61.15          |
| 40        | 62.14          |

# Valores de pH de buffers a distintas Temperaturas

| <b>Nominal Value (25°C)</b> | <b>0°C</b> | <b>20°C</b> | <b>30°C</b> | <b>40°C</b> |
|-----------------------------|------------|-------------|-------------|-------------|
| 4.01                        | 4.00       | 4.00        | 4.02        | 4.03        |
| 6.86                        | 6.98       | 6.87        | 6.85        | 6.84        |
| 7.00                        | 7.11       | 7.01        | 6.98        | 6.97        |
| 10.01                       | 10.32      | 10.06       | 9.97        | 9.89        |

# Punto Isopotencial



# Compensación de Temperatura

- ✓ Calibrar y medir a la misma temperatura
- ✓ Compensar manual o automáticamente la temperatura

# Efecto de la Temperatura

ERROR TIPICO COMO RESULTADO POR NO  
COMPENSAR LA TEMPERATURA

0.003 unidad de pH / °C / unidad de pH fuera del  
punto de calibracion

# Efecto de la Temperatura

Ej. ELECTRODO CALIBRADO A 25 °C, pH 7

Muestra a 20 °C, pH 5

error =  $0.003 \times 5^{\circ}\text{C} \times 2$  unidades de pH = 0.03 pH

Muestra a 2°C, pH 2.5

error =  $0.003 \times 23^{\circ}\text{C} \times 4.5$  unidades de pH = 0.31 pH

# Solución / Variación de Temperatura

- ✓ Siempre cite los valores de pH con su Temperatura de medición
- ✓ La única forma de obtener un resultado de pH a 25°C es hacer las mediciones a 25 °C
- ✓ Las soluciones buffer también muestran variaciones de pH/temp las cuales afectarán la calibración

# Calibración

- ✓ Siempre calibre con al menos 2 buffers
- ✓ Revise la variación de la calibración con 1 buffer
- ✓ Siempre calibre con buffers que cubran el rango de medición esperada
- ✓ Revise la pendiente de la calibración diariamente

# Calibración

- **Frecuencia de Calibración**
  - Tipo de Electrodo
  - Tipo de Muestra
  - Número de muestras
- **Referencia de pendientes del Electrodo**
  - Rango Ideal: 95% - 102%
  - Rango de Limpieza: Abajo de - 95% o cuando la pendiente del electrodo caiga bruscamente
  - Rango de reemplazo: Abajo de 92%



# Ninguna Medición es Perfecta!!!



***Muchas gracias!!!***

**Ing. Agr. Miriam Ostinelli**

mostinelli@cnia.inta.gov.ar

Instituto de Suelos

CIRN – INTA



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



# Estadísticos descriptivos

## Promedio o Media Aritmética:

$$\bar{X} = \frac{\sum x_i}{n}$$



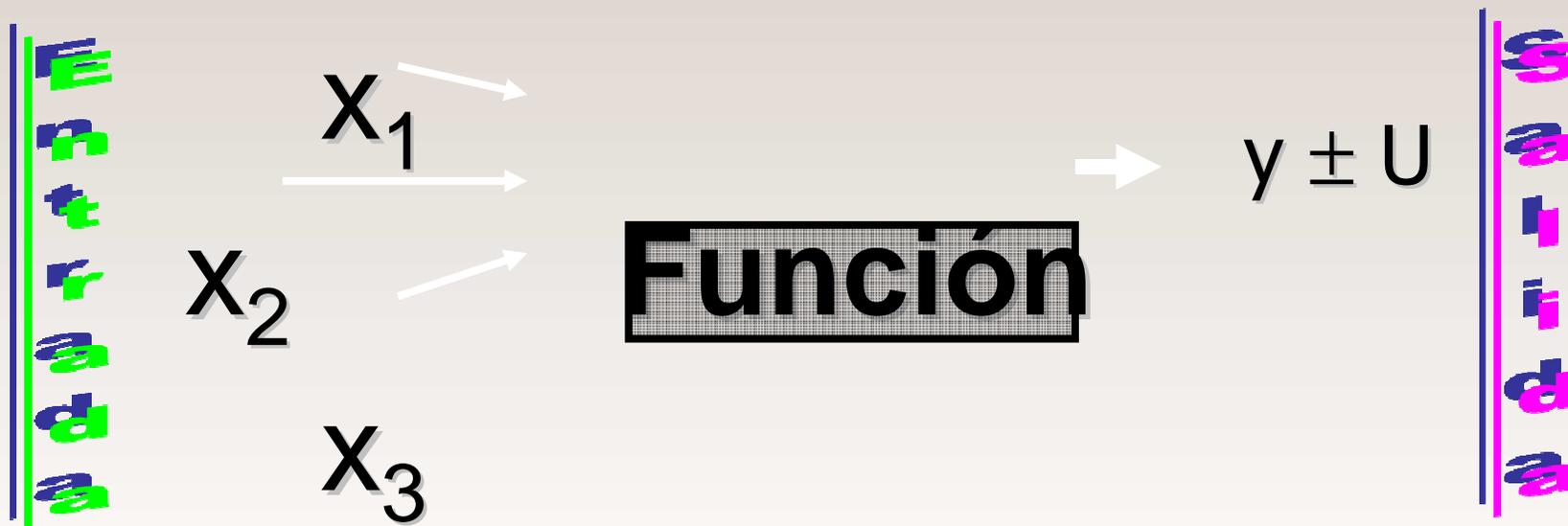
# Estadísticos descriptivos

## Desvío estándar

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

Desvío estándar

# Fuentes de Incertidumbre



# Fuentes de Incertidumbre

Muestreo

Definición del mensurando

Operador

Instrumento

Condiciones ambientales

Tiempo



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación

# Fuentes de Incertidumbre

## Herramientas

Espina de pescado

Tormenta de ideas

Listado de fuentes

Estudios R y r

Otras



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación



# Tipos de Incertidumbre



**Mediciones**



**Otras informaciones**



# Estimación de Incertidumbre

Definir el Modelo

Identificar las fuentes

Estimar la influencia de cada una

Combinar las incertidumbres  
individuales

Expandir y expresar el resultado



Ministerio de  
Agricultura, Ganadería y Pesca  
Presidencia de la Nación

# Relación de Exactitud

## INCERTIDUMBRE

**1/3 a 1/10 Tolerancia**

El nivel de incertidumbre aceptable se decide en función de su aptitud para el uso

**IRAM 301 – ISO/IEC 17025**  
**Requisitos Técnicos**

# **Aseguramiento de la Calidad**

