

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

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

Resultados



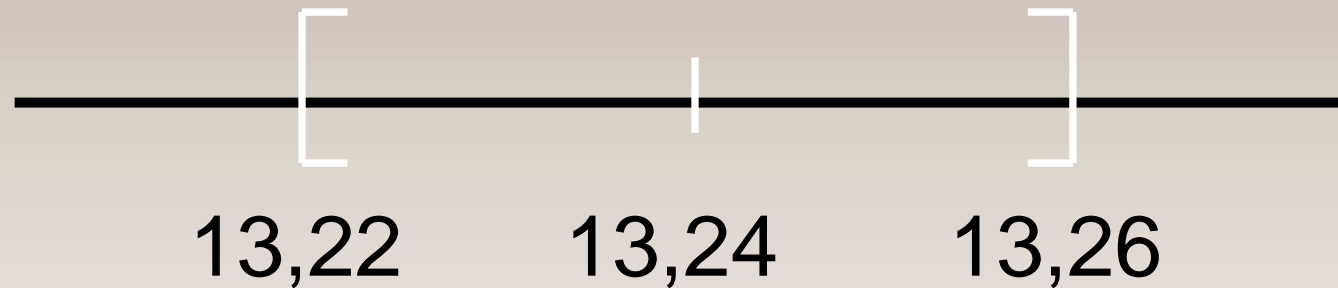
INCERTIDUMBRE



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación



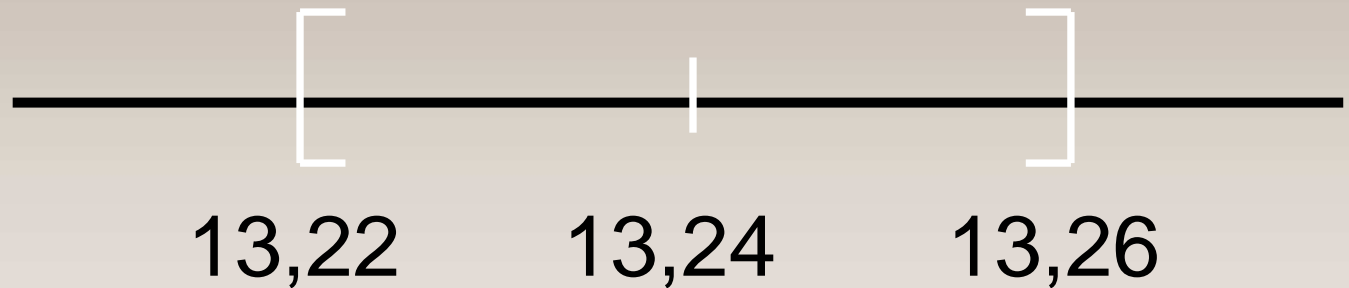
$(13,24 \pm 0,02) \text{ g} / 13,24 \text{ g} \pm 0,02 \text{ g}$



INCERTIDUMBRE

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

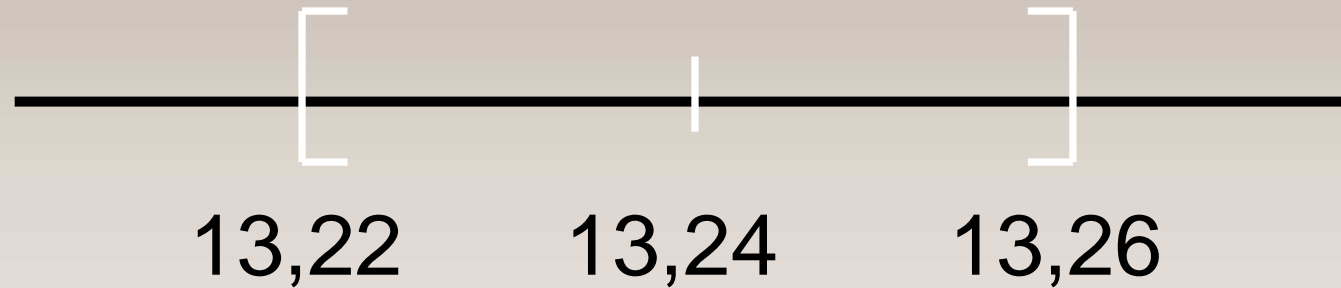
$(13,24 \pm 0,02) \text{ g}$ / $13,24 \text{ g} \pm 0,02 \text{ g}$



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

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

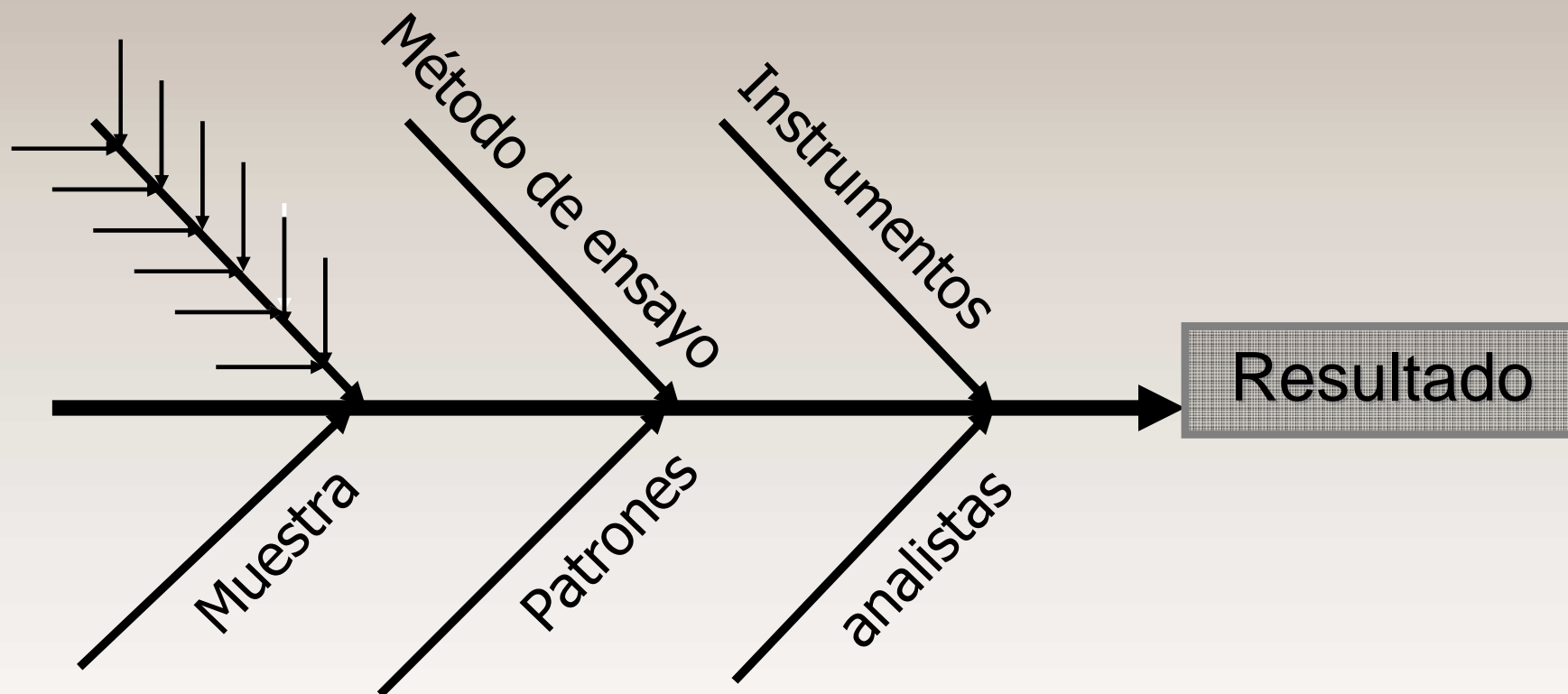
Errores

Sistemáticos

Aleatorios

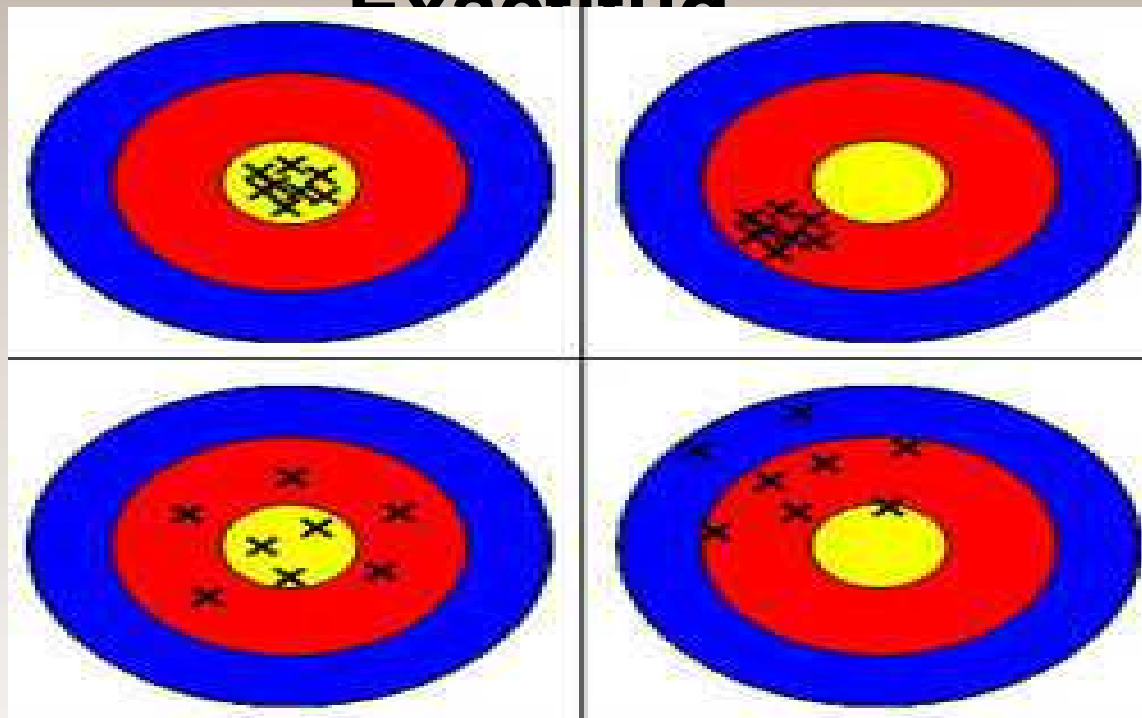
~~Groseros~~

Fuentes de Incertidumbre



Otras Herramientas

Precisión – Veracidad/Justeza – Exactitud



Exactitud

Cercanía del resultado de una medición de su valor más probable

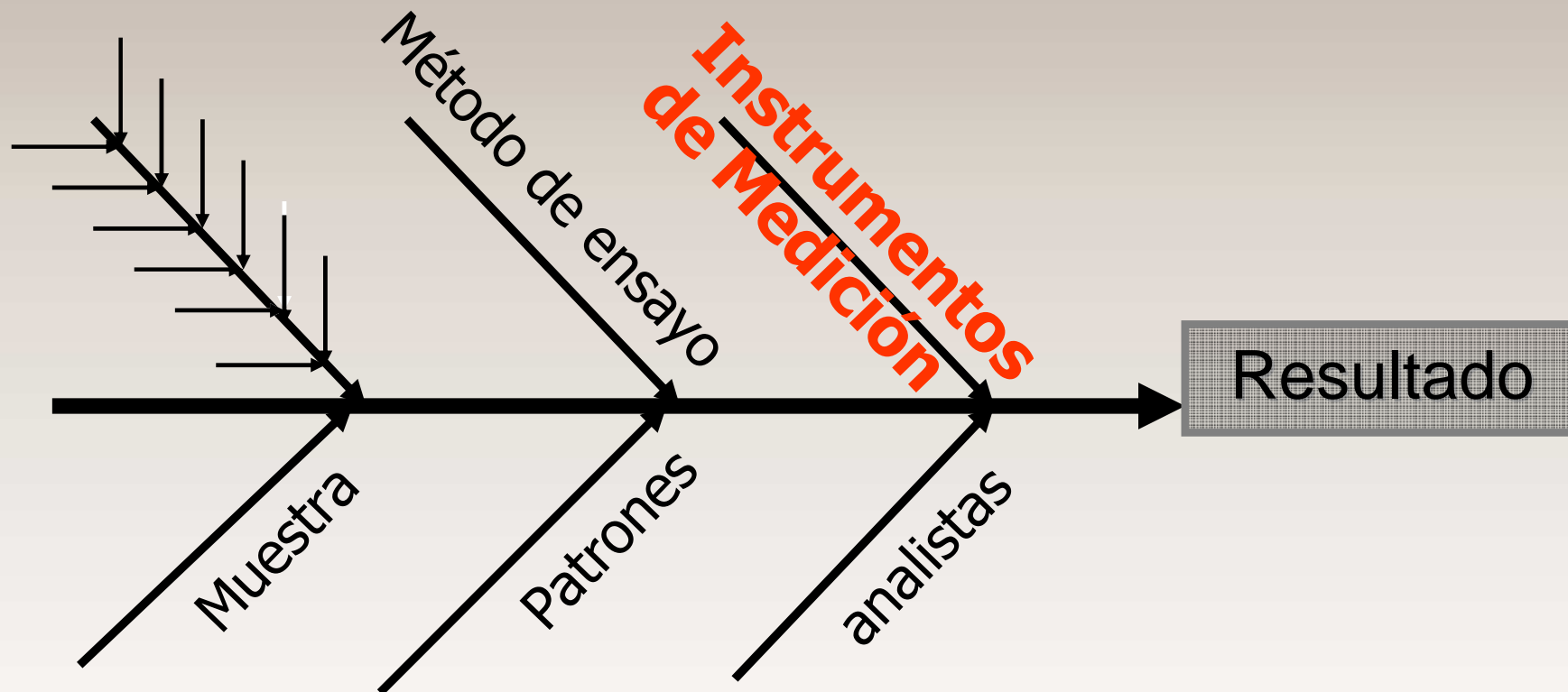
CALIDAD de RESULTADOS

$(1,71 \pm 0,26)$ 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

Calidad: 15 de noviembre de 2012

Estimados:

Es por medio de la presente el listado de los apellidos con sus datos laborales y aptitudes en el Módulo I 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	17807	Secundaria
Kalmborg Teresita	12344702	10442	Primaria
Dieguez Javier	30371038	21041	Secundaria
Becerra Juan Francisco	31045190	20010	Secundaria

EA 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

EA Corra Azul - Laboratorio de Suelos y Agua

Nombre y Apellido	DNI	Legajo	Formación
Ternavaca Fernando	24143364	18758	Secundaria

Instituto de Microbiología y Zootecnia Animal (IDIZA)

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

Saluda muy atte.


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



LabIS - Laboratorio del Instituto Suelos		
	BALANZA Reglas Básicas para el Manejo Correcto	
	<u>Instructivo Operativo</u>	
		

!!!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 demándesele 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.

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

Procedimiento de Gestión de Equipos



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación





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- Versión: 0 Fecha: 10/11/2011 Página 1 de
	Miriam Ostinelli	Daniel Carreira		

Procedimiento de Gestión de Equipos



Listado Maestro de Equipos

LabIS - Laboratorio del Instituto Suelos		
	REGISTRO	
Listado Maestro de Equipos		

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

	Elaboró	Revisó	Aprobó	Código:LS- Version: 0 Fecha vig.: 11/11/2011 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

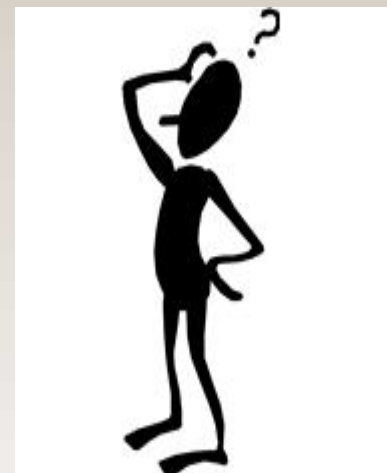


MASA

¿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



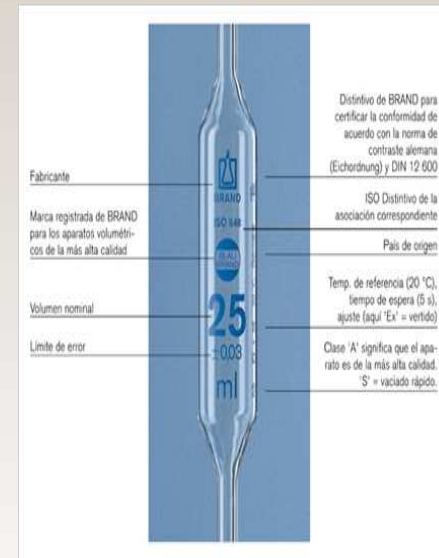
Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación



Material volumétrico (vidrio)

Volumen escurrido "ex"

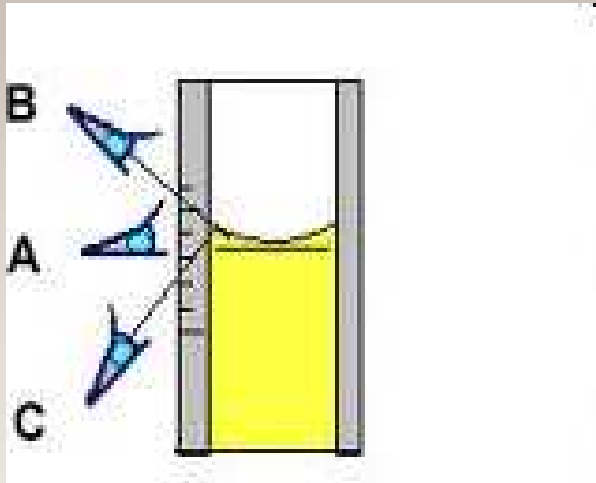
- Pipetas
- Buretas



Volumen contenido "in"

- Matraces

Principales fuente de error



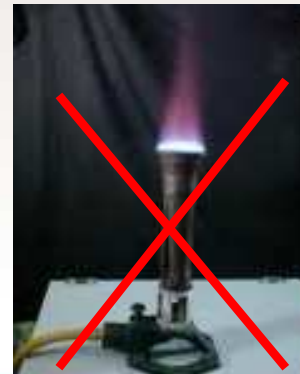
Enrase incorrecto



Pérdidas





Calor



LIMPIEZA!!!



LabIS - Laboratorio del Instituto Suelos		
 INTA CIRN	Lavado del Material Ensayo de P Bray I, Olsen o Total	
	Instructivo Operativo	
		

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- Versión: 0 Fecha <u>2011</u> 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

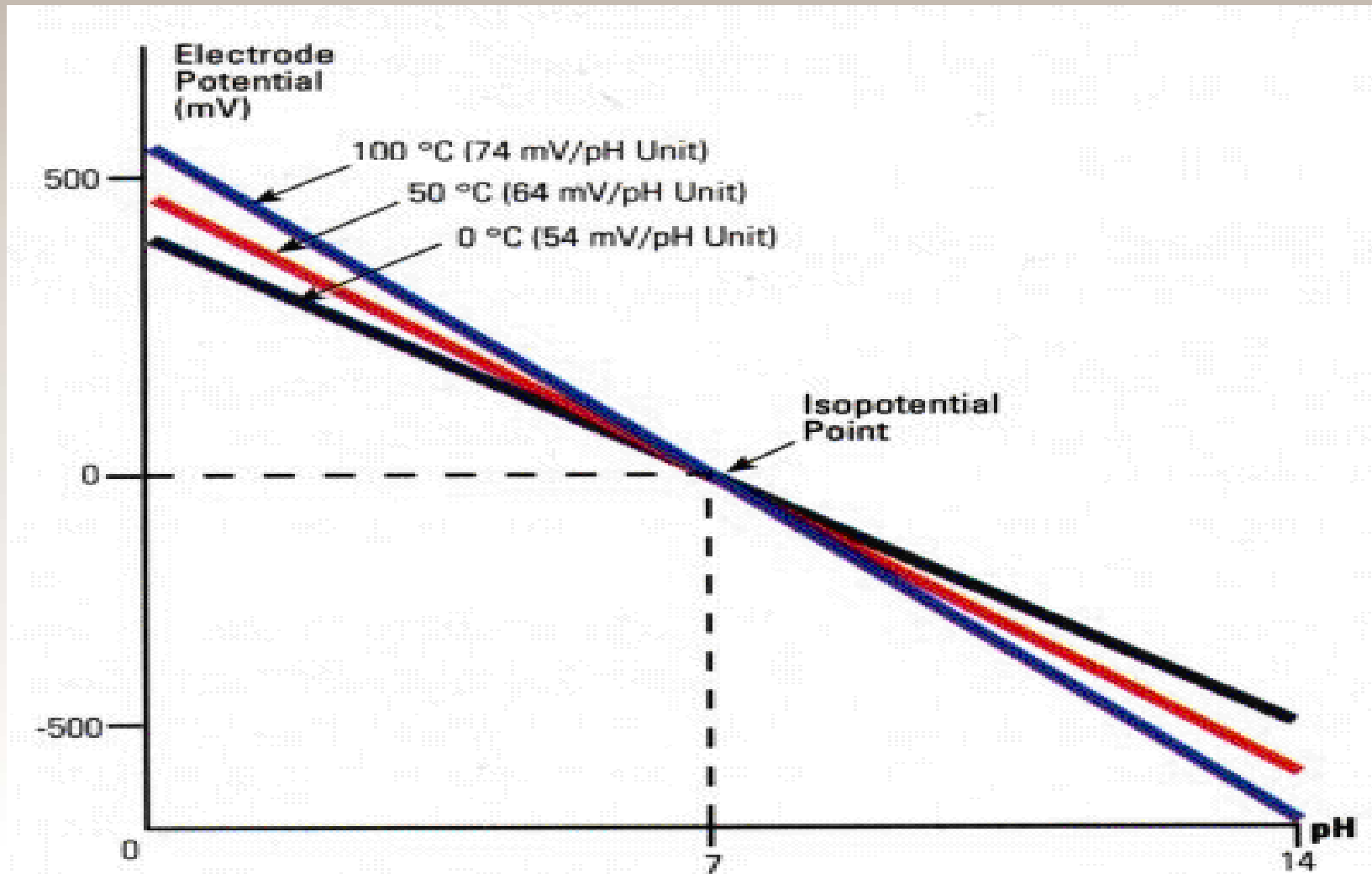
Valores de Pendientes Teóricas en función de la Temperatura

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

Nominal Value (25°C)	0°C	20°C	30°C	40°C
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:

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



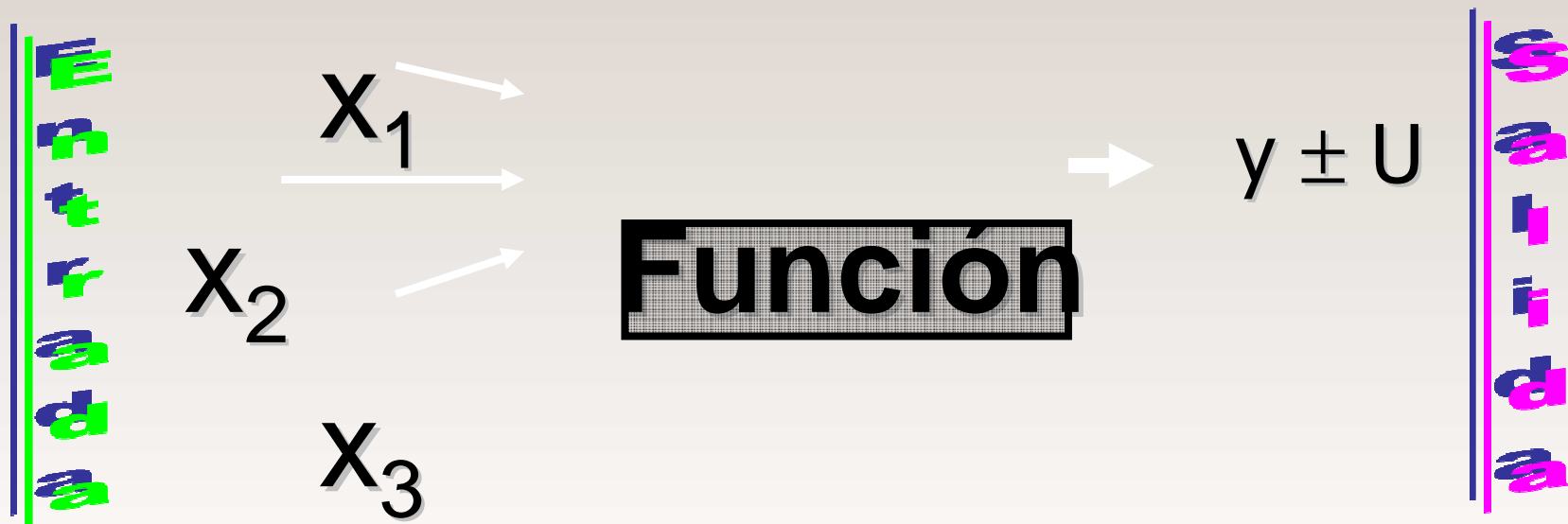
Estadísticos descriptivos

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

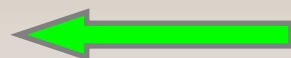
Estudios R y r

Otras



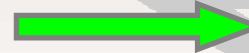
Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación

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

