

METODOLOGÍA PARA EVALUAR LA COMPETENCIA TÉCNICA UTILIZANDO RONDAS DE COMPARACIÓN INTERNAS. UN EJEMPLO PARA TERMOMETRÍA

Carlos Paniagua Vásquez[†]

Resumen

Se presenta una metodología para evaluar la competencia del personal técnico de los laboratorios de ensayo y de calibración, así como los cálculos y los criterios de calificación por medio de rondas de comparación intralaboratorial, para cumplir con los requisitos de la norma ISO/IEC 17025:2005 *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories* (ISO, 2005b).

Para desarrollar la metodología se usa un ejemplo práctico de un ejercicio ejecutado en un laboratorio de metrología secundario, en la magnitud de termometría, en el cual participaron seis analistas, quienes calibraron, por triplicado, un termómetro de inmersión total, en el punto de calibración de 60 °C usando un baño isotérmico.

El valor asignado se definió como el promedio de todos los resultados obtenidos y fueron analizados utilizando el criterio Z, de lo cual se concluye que los analistas participantes emiten resultados adecuados para el uso.

Este tipo de ejercicio permite evaluar la competencia técnica del personal de los laboratorios, para que estos tengan una herramienta a fin de demostrar su competencia técnica de acuerdo con ISO/IEC 17025:2005.

Palabras clave: rondas de comparación, pruebas de aptitud, intercomparación, estadístico Z.

Abstract

We discuss a method to evaluate the technical competence of the technical personnel of *testing and calibration laboratories*, as well as the calculations and criteria of qualification by means of intralaboratory comparison, to fulfill the requirements of ISO/IEC 17025:2005 *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories* (ISO, 2005b) an example of a real practical exercise is used to develop the methodology. Six technicians calibrated one thermometer of total immersion. The results indicate that the technicians provide results that fulfill the fitness-for-purpose results criteria.

Keywords: comparison rounds, proficiency testing, laboratories intercomparisons, z-score.

Recibido: 26 de noviembre del 2008 • **Aprobado:** 06 de agosto del 2009¹

1. INTRODUCCIÓN

El numeral 5.2.1. de la norma ISO/IEC 17025:2005 *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories* (2005b) acota:

“5.2.1 La dirección del laboratorio debe asegurar la competencia de todos los que operan equipos específicos, realizan ensayos o calibraciones, evalúan los resultados y firman los informes de ensayos y los certificados de calibración”.

Los ensayos de intercomparación y pruebas de desempeño, permiten evaluar la calidad de las actividades desarrolladas por los laboratorios o por los analistas (ISO, 2005a) que en este sentido son requeridos por el organismo acreditador (ISO, 2005b), con el fin de contar con antecedentes que respalden la calidad de los servicios que brindan los laboratorios. Son, además, una herramienta valiosa del laboratorio para el sistema de aseguramiento de calidad, que permite hacer un diagnóstico del desarrollo de determinados

ensayos o calibraciones y un aporte para el mejoramiento continuo de estos analistas, todo esto bajo las directrices de *ISO/IEC Guide 43-1:1997* (ISO, 1997a) e *ISO/IEC Guide 43-2:1997* (ISO, 1997b).

Entre las acciones que deben ejecutarse para llevar a cabo una ronda de intercomparación interna están:

a. Declaración en el sistema de gestión de la calidad

Se debe indicar en la documentación del sistema de gestión de la calidad, que las rondas constituirán un medio para asegurar la calidad de los resultados o para demostrar la competencia técnica del personal, entre otras.

De acuerdo con el documento *ECA-MC-P17 Política y criterios para la participación en ensayos/pruebas de aptitud y otras comparaciones para los laboratorios*, emitido por el Ente Costarricense de Acreditación (ECA, 2006), la política y los procedimientos sobre la participación en ensayos o pruebas de aptitud deben quedar documentados en el Manual de la Calidad del laboratorio.

b. Protocolo de presentación de la ronda

Se debe preparar un documento que se entregará a los participantes y que contemple claramente, al menos los siguientes aspectos.

- *Esquema de la ronda*: debe definirse el tipo de programa que se ejecutará, a saber: comparación de mediciones, ensayos interlaboratoriales, ensayo de muestra dividida, ensayo cualitativo, ensayo con valores conocidos o de procesos parciales.
- *Objetivo de la ronda*: se debe declarar cuál es el objetivo de la realización del ejercicio.
- *Hipótesis nula*: se debe definir claramente la hipótesis con la que se trabajará y partir del supuesto de que los participantes tienen la competencia técnica para emitir resultados adecuados para el uso.

- *Fecha de realización de la ronda*: se debe indicar claramente la fecha de inicio, con la presentación del protocolo a los participantes, la fecha de finalización, con la entrega y la discusión de los resultados.
- *Participantes y siglas usadas*: se debe indicar claramente quiénes son los analistas que participarán en el ejercicio y las siglas de su nombre o alguna codificación que se estime conveniente.
- *Objetos de ensayo*: se debe declarar todo el material que se usará en la ronda, como el equipo de prueba, el tipo de muestra, los patrones usados, los materiales de referencia, y otros que se consideren convenientes.
- *Parámetros sujetos de medición*: se debe indicar claramente el mensurando que se va a determinar.
- *Número de mediciones*: se deben indicar cuántas repeticiones debe hacer cada participante.
- *Método usado*: se debe indicar el método que va a ser empleado, el cual puede ser de uno de rutina, normalizado, aceptado nacional o internacionalmente, o válido.
- *Definición del valor verdadero*: se debe indicar cuál método se definió para calcular el valor verdadero, el cual puede ser: un valor conocido, un material de referencia certificado (MCR), un valor de referencia, un valor de consenso entre laboratorios expertos, o un valor de consenso, cuantitativo o cualitativo, definido entre los laboratorios participantes.
- *Evaluación de resultados y análisis estadístico*: se debe indicar qué análisis estadístico se va a usar para evaluar los resultados.

c. Recolección de los datos y su tratamiento estadístico

Los datos deben ser recolectados y tratados bajo los procedimientos estadísticos previamente definidos, para obtener los resultados, los cuales deben ser analizados para sacar las conclusiones de acuerdo con el objetivo e hipótesis nula planteada en la ronda.

d. Informe de resultados

Se debe elaborar y entregar a los participantes un informe final que contenga al menos: objetivo, criterio de evaluación, discusión de los resultados, anexos y referencias. Se debe adjuntar un comentario acerca de los resultados obtenidos y de acuerdo con la premisa de la ronda.

2. METODOLOGÍA

Se presenta la metodología para la ronda de intercomparación entre seis analistas, ejecutada en un laboratorio de metrología secundario, en la magnitud de termometría, calibrando en el punto de calibración de 60 °C y por triplicado, un termómetro de inmersión total, usando un baño isotérmico.

- *Esquema de la ronda:* comparación de mediciones.
- *Objetivo de la ronda:* proveer al laboratorio de una herramienta para evaluar y demostrar la competencia técnica de su personal técnico, en el proceso de calibración de termómetros de líquido en vidrio utilizando un baño líquido.
- *Hipótesis nula:* no existe una diferencia significativa entre las mediciones de la temperatura del termómetro de inmersión realizadas por los analistas participantes en la ronda
- *Fecha de realización de la ronda:* del 4 de agosto al 22 de setiembre del 2008.
- *Participantes y siglas usadas:* seis analistas, codificados como 1, 2, 3, 4, 5 y 6.
- *Objetos de ensayo:* el equipo de medición utilizados fue el siguiente: un termómetro de mercurio en vidrio de inmersión total, un baño isotérmico y un patrón de temperatura.
- *Parámetros sujetos de medición:* los puntos de calibración utilizados en el ejercicio son (0, 20, 40, 60 y 80) °C.
- *Número de mediciones:* participaron seis analistas, a cada uno se le solicitó realizar tres mediciones por cada punto de calibración, en condiciones de repetibilidad.

- *Método usado:* a cada analista se le entregó una copia del procedimiento de calibración por ejecutar, de uso interno del laboratorio secundario y previamente validado.
- *Definición del valor verdadero:* promedio de todos los resultados obtenidos.
- *Evaluación de resultados y análisis estadístico:* para cada una de las pruebas realizada se calculó el valor Z de acuerdo con la ecuación (1) (ISO, 2005a) e (ISO, 2005c).

$$Z = \frac{X - X_a}{\sigma_p} \quad (1)$$

Donde:

- x promedio de los resultados reportados por el analista
- x_a valor “asignado”
- σ_p desviación estándar adecuada para el uso

- *Cálculos:* los cálculos se realizaron de la siguiente manera:

El promedio (x) se calculó por algoritmos de estadística robusta para cada punto.

Como valor “asignado” (x_a) se usó el promedio de todos los valores reportados, calculado tomando lo prescrito en el numeral 5.5.1 de la norma ISO 13528:2005, la cual indica que cuando se usa el promedio obtenido de los datos de la ronda el valor asignado debe ser calculado usando métodos estadísticos robustos (ISO, 2005 c); para lo cual recomienda el algoritmo A presentado en el Anexo C de dicha norma. La Royal Society of Chemistry ofrece en su página un complemento para Excel® (RobStat.xla) el cual se usará para realizar los cálculos, ya que utiliza el algoritmo supracitado y es avalado por el Bureau de Poid et Mesures (Duewer, 2004). No se realizó ningún redondeo intermedio de los datos.

La desviación estándar adecuada para el uso (σ_p) es aquella que describe un rango aceptable de la medición. Para esta ronda de comparación se usó la tolerancia

máxima permitida para los termómetros de líquido en vidrio de $\pm 1,0$ °C, dividida entre 3. Donde 3 es el valor crítico de Z (ISO, 2005 c).

$$\sigma_p = \frac{1,0 \text{ °C}}{3} = 0,33 \text{ °C} \quad (2)$$

El criterio para los valores de Z es el siguiente, de acuerdo con (ISO, 2005a) e (ISO, 2005c).

$$2 < \begin{cases} |Z| \leq 2 & \text{satisfactorio} \\ |Z| \leq 3 & \text{cuestionable} \\ |Z| > 3 & \text{inaceptable} \end{cases}$$

- *Valores de Z.* La justificación del uso de los multiplicadores 2 y 3 es la siguiente. Sea $D = x - x_a$, si x_a y σ_p (vea numeral 4.3) son un buen estimado de la media y de la desviación estándar de la población de la cual se deriva el valor x , y la distribución es normal, entonces los valores de D estarán distribuidos, aproximadamente, de manera normal con media igual a 0 y desviación estándar 1. En estas circunstancias únicamente cerca del 0,3 % del estimado del sesgo de los analistas se esperaría que estén fuera del rango $-3\sigma_p < D < +3\sigma_p$ y únicamente cerca del 5 % se espera que estuvieran fuera del rango $-2\sigma_p < D < +2\sigma_p$. Al ser estas probabilidades tan bajas, es poco probable que estos casos ocurran únicamente por casualidad, es decir que no existe un problema real. Así que existe la gran posibilidad de encontrar una anomalía cuando se realicen los análisis de causa.
- *Interpretación de los resultados Z:* deben ser interpretados tomando en cuenta su base estadística (probabilidad), por lo tanto se requiere de un conocimiento en estadística. Sin embargo, las siguientes reglas básicas aplican (IUPAC, 2006):

Un Z igual a cero implica un resultado en total concordancia con el valor asignado.

La ronda se realizó con el esquema de que el participante emite resultados adecuados para el uso. Los participantes que cumplen con este criterio, producirán resultados comprendidos entre $-2\sigma_p$ y $+2\sigma_p$. Se puede esperar que produzcan un resultado, ocasionalmente, fuera de este rango, más o menos una vez en cada veinte veces. El signo (- o +) indica un error negativo o positivo.

Los participantes que cumplen con el criterio supracitado, raramente producirán resultados comprendidos fuera de $-3\sigma_p$ y $+3\sigma_p$ y debe tomarse como que el resultado es inaceptable para el esquema y debe hacerse el análisis de causa de manera inmediata, para tomar las acciones correctivas del caso.

3. RESULTADOS

Los resultados obtenidos por los seis analistas calibrando un termómetro de inmersión total, en el punto de calibración de 60 °C usando un baño isotérmico se muestran en el Cuadro 1.

Datos anómalos: no se analizaron los datos para eliminar la presencia de datos anómalos, ya que para los cálculos se usaron algoritmos robustos de estadística.

Cálculo del valor “asignado” (x_a): promedio de todos los resultados estimado por algoritmos de estadística robusta. Se usó el complemento para Excel® (RobStat.xla) que usa la fórmula =H15_MEAN(A1:F3). El resultado se muestra en el Cuadro 2.

Cálculo del promedio de cada analista: en este caso la fórmula para el analista 1 es: = H15_MEAN(B1:B3) y los resultados se muestran en el Cuadro 3.

Desviación estándar adecuada para el uso (σ_p): Se conoce que esta es $\sigma_p = 0,333$ °C, previamente calculado.

Cálculo de Z: usando la ecuación (1) $Z = (x - x_a) / \sigma_p$ con los valores obtenidos anteriormente se obtienen los resultados del Cuadro 4.

Estos resultados se muestran en la Figura 1.

Cuadro 1. Resultados de calibración de un termómetro de inmersión total, obtenidos a 60 °C (°C)

Lectura	Analista					
	1	2	3	4	5	6
1	60,27	60,25	60,27	60,27	60,24	60,25
2	60,27	60,25	60,27	60,27	60,24	60,25
3	60,27	60,25	60,27	60,27	60,24	60,25

Fuente: (El autor).

Cuadro 2. Resultado del “valor asignado”.

60,27	60,25	60,27	60,27	60,24	60,25
60,27	60,25	60,27	60,27	60,24	60,25
60,27	60,25	60,27	60,27	60,24	60,25

$$x_a = 60,2583 = H15_MEAN(A1:F3)$$

Fuente: (El autor).

Cuadro 3. Resultado del “valor asignado”.

Lectura	Analista 1	Analista 2	Analista 3	Analista 4	Analista 5	Analista 6
1	60,27	60,25	60,27	60,27	60,24	60,25
2	60,27	60,25	60,27	60,27	60,24	60,25
3	60,27	60,25	60,27	60,27	60,24	60,25
x_i	60,2700	60,2500	60,2700	60,2700	60,2400	60,2500
	= H15_MEAN(B1:B3)	=...(C1:C3)	=...(D1:D3)	=...(E1:E3)	=...(F1:F3)	=...(G1:G3)

Fuente: (El autor).

CONCLUSIONES

1. De acuerdo con el valor obtenido de Z para el punto 60 °C, del termómetro de inmersión, todos los analistas presentan un desempeño satisfactorio, es decir, tienen competencia técnica para emitir resultados adecuados para el uso. Por ello, la unidad de gestión de calidad debe

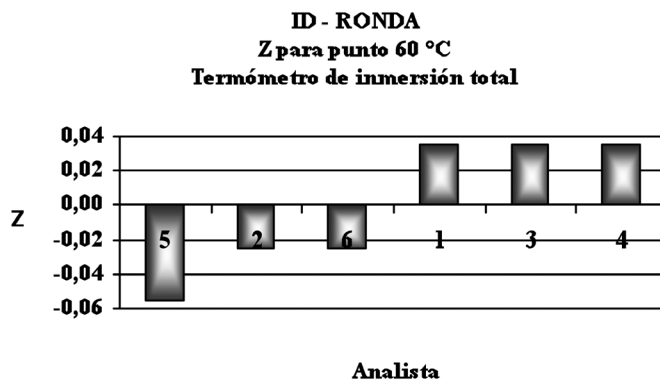
tomar las acciones que correspondan, entre las cuales puede estar, autorizar al analista para realizar la calibración.

2. La calificación por medio del estadístico Z en rondas de comparación es un método universalmente aceptado, que puede hacerse extensivo a los analistas de un laboratorio de acuerdo con el documento ISO/TR 22 971:2005, ISO (2005a).

Cuadro 4. Resultados del valor de Z.

Estadístico	Analista					
	1	2	3	4	5	6
xi	60,2700	60,2500	60,2700	60,2700	60,2400	60,2500
xa	60,258					
	0,333					
Z	0,04	-0,02	0,04	0,04	-0,05	-0,02

Fuente: (El autor).

**Figura 1.** Valores de Z para el punto de calibración de 60 °C.

Fuente: (El autor).

- Es un método que hay que adecuar a las necesidades del laboratorio, para lo cual existe gran cantidad de información, pero básicamente la indicada en las referencias bibliográficas.
- Una vez diseñado el experimento para la realización de la ronda de comparación, se convierte en un instrumento muy útil para demostrar la competencia técnica del personal del laboratorio.

Paula Solano Sánchez y la M Sc. María Lorena Blanco Rojas, dado el fallecimiento del autor en el mes de mayo del 2009.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Duewer, D. L. (2004) *Approach for the determination of CCQM key comparison reference values and uncertainties*. <http://www.bipm.org/cc/CCQM/Allowed/10/CCQM04-15.pdf>, recuperado el 20080905.

NOTAS

- Las modificaciones solicitadas al documento por el Comité Editorial de la Revista fueron realizadas por la Inga.

ECA. (2006). *ECA-MC-PI7 Política y criterios para la participación en ensayos/pruebas de aptitud y otras comparaciones para*

los laboratorios. Ente Costarricense de Acreditación, San José.

les essais d'aptitude par comparaison interlaboratoires. Genève: ISO.

ISO. (1997a). ISO/IEC Guide 43-1: 1997. Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes. Genève: ISO.

ISO. (2007). ISO/IEC Guide 99:2007 (E/F), Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM). Genève: ISO.

ISO. (1997b). *ISO/IEC 43-2:1997. Proficiency testing by interlaboratory comparisons - Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies*. Genève: ISO.

IUPAC. (2006). IUPAC Technical Report. The international harmonized for the proficiency testing of chemistry laboratories. *Pure Appl. Chem.*, 78, 1:145-196.

ISO. (2005a). *ISO/TR 22 971:2005. Accuracy (trueness and precision) of measurement results – Practical guidance for the use of ISO 5725-2:1994 in designing, implementing and statistically analyzing interlaboratory repeatability and reproducibility results*. Genève: ISO.

SOFTWARE UTILIZADOS

Microsoft. Microsoft® Office Excel 2003, SP3. Microsoft Corporation, One Microsoft Way Redmond, WA 98052-6399, USA.

ISO. (2005b). ISO/IEC 17025:2005. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Genève: ISO.

Royal Society of Chemistry (RSC). RobStat complemento para Excel® (RobStat.xla). http://www.rsc.org/images/robstat_tcm18-26309.zip. Recuperado 20080810.

ISO. (2005c). ISO/DIS 13528:2005 Méthodes statistiques utilisées dans

SOBRE EL AUTOR

Carlos Paniagua Vásquez[†]
Licenciado en Química

