



+

NUEVA GUÍA PARA LA IMPLEMENTACIÓN Y ACREDITACIÓN SEGÚN UNIT ISO/IEC 17025:2017



Ministerio
de Ambiente

+



+



Nueva guía para la implementación y acreditación según UNIT ISO/IEC 17025:2017

División Laboratorio Ambiental

Montevideo, Marzo 2022

PRÓLOGO

La toma de decisiones basada en evidencia es una alternativa sólida que permite ser consistente en la gestión ambiental. Las determinaciones analíticas, con el aseguramiento de calidad correspondiente, son una herramienta fundamental para la gestión ambiental que pretende llevar adelante el recientemente creado Ministerio de Ambiente.

El Laboratorio Ambiental viene en consonancia con estas prácticas desde sus orígenes, en anteriores instituciones, por lo cual tiene amplia experiencia en la materia. Para la demostración de esta forma de trabajo, enmarcado en el aseguramiento de calidad como pilar fundamental para el reporte de datos analíticos, es que cuenta con un Sistema de Gestión de Calidad certificado por UNIT-ISO 9001, desde el año 2003 y cuenta con ensayos acreditados por la norma UNIT-ISO/IEC 17025, desde 2012.

Asimismo, existen cada vez más laboratorios que analizan muestras ambientales, con los cuales se trabaja coordinadamente a través de la rlaui, de forma de poder estandarizar y realizar comparaciones entre laboratorios.

El “Manual de procedimientos analíticos para muestras ambientales” versión 3, fue elaborado y difundido por la actual DINACEA, en 2017 con el objetivo de definir los procedimientos operativos para los distintos parámetros que analiza, instando a los demás laboratorios nacionales a que sean esas las metodologías utilizadas en sus instalaciones, a través de la resolución ministerial 1648/2017.

Por otra parte, en el año 2009 se había editado la guía “Laboratorios Ambientales – Directrices para la Acreditación” basada en ese momento en la versión del año 2005 de la norma UNIT-ISO/IEC 17025.

Dado que la norma de referencia cuenta en la actualidad con una nueva versión, se consideró necesario y sumamente útil la redacción de este documento, que se presenta de forma de poder asistir a aquellos laboratorios que nunca han acreditado ensayos, o para aquellos que ya poseen ensayos acreditados puedan tomar el presente documento como una base para la mejora continua.

El vínculo con el OUA (Organismo Uruguayo de Acreditación) se mantiene sólido y va acompañando los desafíos analíticos que surgen. El OUA es el único organismo nacional que tiene la función de acreditación en el Uruguay a través del Decreto 089/010.

Si bien hemos coordinado el trabajo desde DINACEA, los técnicos pertenecientes a laboratorios miembros de la rlaui y el OUA han enriquecido ampliamente el contenido de la presente guía, que esperamos sea de utilidad y sea considerada como una referencia hacia la acreditación de ensayos en nuestro país y en la región. Deseamos además, que esto sea uno de tantos trabajos en conjunto que hagamos entre diferentes instituciones, apostando a una gestión ambiental integrada con actores claves.

Eduardo Alejandro Andrés López

Director Nacional de Calidad y Evaluación Ambiental
Ministerio de Ambiente

AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo se nutre de la experiencia y lecciones aprendidas de muchos técnicos que a lo largo de los años han transitado el camino de la gestión de calidad y el aseguramiento de resultados confiables, el cual ha resultado de un trabajo multidisciplinario e interinstitucional.

La Red de Laboratorios del Uruguay (RLAU) impulsada desde el Laboratorio Ambiental de DINACEA, funciona desde el año 2006 en que fue creada para poder fortalecer, difundir y optimizar la capacidad analítica e institucional de los laboratorios ambientales del país, de forma sostenible, siendo el objetivo general de la misma la mejora continua de la competencia de los laboratorios de gestión ambiental es que se ha invitado a la elaboración del presente documento.

Dentro de sus objetivos específicos se encuentra la promoción de cooperación entre los laboratorios, y el facilitar la implantación de requisitos de aseguramiento de resultados y competencia técnica en los laboratorios con vistas a la acreditación.

Queremos, por tanto, agradecer los invaluable aportes brindados y el tiempo dedicado a la elaboración de esta guía, la cual esperamos sea de utilidad tanto para aquellos laboratorios que transitan los primeros pasos para una futura acreditación, como para aquellos que sabedores de lo que implica el proceso en sí y el mantenimiento de la misma, apuestan a la mejora continua.

Agradecer asimismo el apoyo brindado desde JICA (Japan International Cooperation Agency) para la impresión del mismo.

Agradecemos el apoyo brindado desde el Proyecto “Préstamo BID 4850/ OC-UR BID, Proyecto PNUD URU/19/002: Implantación del Registro Nacional de Laboratorios Ambientales”, facilitando tiempo de un consultor para dedicar a esta actividad.

Este es el resultado de un esfuerzo multidisciplinario e interinstitucional, contemplando no solamente los requisitos de la norma UNIT-ISO/IEC 17025:2017 sino también los requisitos adicionales que solicita el Organismo Uruguayo de Acreditación como órgano rector en la temática en el país. La revisión por parte del OUA enriquece profundamente el contenido de la misma, por lo cual estamos también agradecidos como equipo.

Q.F. Natalia Barboza

Dirección Nacional de Calidad y Evaluación Ambiental
Ministerio de Ambiente

Q.F. Patricia Simone

Unidad de Coordinación
RLAU

Redacción y Coordinación

Prof.Adj. Eleuterio Umpierrez	Facultad de Química – Laboratorio de Análisis Orgánicos. Unidad de Medio Ambiente, Drogas y Doping
Qco. Alejandro Caamaño	Intendencia de Montevideo
Bach. Qca. Laura Patrone	Laboratorio Kemia
Q.F. Patricia Baklayan	LATU – Departamento de Aguas y Productos Químicos
Q.F. Natalia Barboza	Ministerio de Ambiente. DINACEA
Q.F. Víctor Bello	Ministerio de Ambiente. DINACEA – Proyecto BID
Q.F. Patricia Simone	Ministerio de Ambiente. DINACEA
Ing. Alim.Gabriela Chao	Ministerio de Ganadería, Agricultura y Pesca - DGSA
Ing. Qca. María José Pérez	Ministerio de Ganadería, Agricultura y Pesca - DGSA
Q.F. Soledad Andrade	Ministerio de Relaciones Exteriores. Comisión Técnica Mixta Salto Grande

Revisión y comentarios

Ing. Qca. Liliane Somma	Organismo Uruguayo de Acreditación
-------------------------	------------------------------------

Diseño

Lic. Leonardo Colistro	División Comunicación Ministerial – Ministerio de Ambiente
------------------------	------------------------------------------------------------

Agradecimientos

Biquim. Analía Sanabria	Ministerio de Ambiente. DINACEA
Q.F. Rodolfo Graña	Obras Sanitarias del Estado – Laboratorio Central

CONTENIDO

Prólogo	5
Agradecimientos	7
Participantes	8
I. La acreditación	11
Objetivo de una acreditación	
Diferencias de contenido de la versión 2017 de la norma frente a la anterior 2005.	
La Acreditación en el Uruguay	
La Acreditación en el mundo	
II. Requisitos generales (apartado 4)	15
1 Imparcialidad (Apartado 4.1)	15
2 Confidencialidad (Apartado 4.2)	17
III. Requisitos relativos a la estructura (apartado 5)	19
IV. Requisitos relativos a los recursos (apartado 6)	21
1. Generalidades (Apartado 6.1)	21
2. Personal (Apartado 6.2)	21
3. Instalaciones y condiciones ambientales (Apartado 6.3)	21
4. Equipamientos (Apartado 6.4)	23
4.1 Métodos analíticos	
4.2 Gestión de equipamiento	
4.3 Balanzas y pesas	
4.4 Material volumétrico	
5. Trazabilidad Metrológica (Apartado 6.5)	30
5.1 Estructura metrológica:	
5.2 Metrología en química	
5.3 Trazabilidad	
6. Productos y servicios suministrados externamente. (Apartado 6.6)	32
V. Requisitos del proceso (apartado 7)	33
1. Revisión de solicitudes, ofertas y contratos (Apartado 7.1)	33
2. Selección, verificación y validación de métodos (Apartado 7.2)	34
2.1 Selección y verificación de métodos (Apartado 7.2.1)	
2.1.1 ¿Verificar o Validar?	
2.2 Validación de los métodos (Apartado 7.2.2)	
2.2.1 Tipos de validación:	
2.2.2 ¿Qué se evalúa durante una validación?	
2.2.3 Proceso de la validación.	
2.2.4 Establecer especificaciones y Planificación de la validación	
2.2.5 Validación de métodos microbiológicos. (sin modificación en el texto de la versión anterior)	
2.2.6 Informe de validación	

3. Muestreo (Apartado 7.3)	48
4. Manipulación de los ítems de ensayo o calibración (Apartado 7.4)	49
5. Registro técnicos (Apartado 7.5)	50
6. Evaluación de la incertidumbre de medición (Apartado 7.6)	51
7. Aseguramiento de la validez de los resultados (Apartado 7.7)	60
8. Informe de resultados (Apartado 7.8)	61
8.1 Generalidades (Apartado 7.8.1)	
8.2 Requisitos comunes para los Informes (Apartado 7.8.2)	
8.3 Requisitos específicos para los informes de ensayo (Apartado 7.8.3)	
8.4 Requisitos específicos para los certificados de calibración (Apartado 7.8.4)	
8.5 Información de muestreo – requisitos específicos (Apartado 7.8.5)	
8.6 Información sobre declaraciones de conformidad (Apartado 7.8.6)	
8.7 Información sobre opiniones e interpretaciones (Apartado 7.8.7)	
8.8 Modificaciones a los informes (Apartado 7.8.8)	
9. Quejas (Apartado 7.9)	66
10. Trabajo no conforme (Apartado 7.10)	68
11. Control de los datos y gestión de la información (Apartado 7.11)	69
VI. Requisitos del sistema de gestión (apartado 8)	71
1. Opciones (Apartado 8.1)	71
1.1 Generalidades (Apartado 8.1.1)	
1.2 Opción A (Apartado 8.1.2)	
1.3 Opción B (Apartado 8.1.3)	
2. Documentación del sistema de gestión (Opción A) (Apartado 8.2).....	71
3. Control de documentos del sistema de gestión (Opción A) (Apartado 8.3)	72
4. Control de registro (Opción A) (Apartado 8.4).....	72
5. Acciones para abordar riesgos y oportunidades (Opción A) (Apartado 8.5).....	73
6. Mejora (Opción A) (Apartado 8.6).....	76
7. Acciones correctivas (Opción A) (Apartado 8.7).....	77
8. Auditorías internas (Opción A) (Apartado 8.8).....	77
9. Revisión por la dirección (Opción A) (Apartado 8.9).....	78
VII. Anexos.....	79
1. Anexo I	
2. Anexo II	
3. Anexo III	
4. Anexo IV	
5. Anexo V	
6. Anexo VI	
VIII. Términos y definiciones.....	87
IX. Páginas web de interés.....	89
X. Bibliografía.....	91

I. La acreditación

Q.F. Patricia Simone

Objetivo de una acreditación

A lo largo de todo el documento se expone sobre los distintos aspectos requeridos en esta norma internacional ISO/IEC 17025:2017.

En los distintos capítulos, se recogen los requisitos y se intenta explicar de manera más sencilla cómo llegar a cumplir los distintos puntos exigidos. La aplicación de ejemplos apropiados y diversos, muchas veces es útil a estos efectos. Además, para que al lector le sea más fácil relacionar los capítulos de la guía con los diferentes requisitos de la norma ISO 17025:2017, es que en cada capítulo se menciona a que apartado de la norma se hace referencia.

La norma es aplicable a todo tipo de organizaciones que desempeñen actividades de laboratorio. Puede ser empleada por clientes de laboratorios, autoridades regulatorias, organizaciones y esquemas empleando auditorías pares y organismos de acreditación, para confirmar o reconocer la competencia de los laboratorios según lo estipula ISO.

El beneficio de contar con ensayos acreditados para un laboratorio, es el de poder demostrar la competencia técnica, imparcialidad y realización de operaciones en forma coherente de ese laboratorio para el ensayo o la calibración acreditada, mediante un proceso imparcial de reconocimiento de tercera parte, por parte de una entidad habilitada, ya que a su vez el Organismo de Acreditación ha demostrado su competencia técnica, imparcialidad y realización de operaciones en forma coherente, al haber sido evaluado por pares de otros Organismo de Acreditación internacionales. Asimismo, facilita la cooperación entre laboratorios ayudando al intercambio de información y experiencia.

De esta manera tanto los integrantes del laboratorio como los usuarios u otras partes interesadas como

autoridades reglamentarias, organizaciones y organismos de acreditación, cuentan con la certeza que las operaciones se llevan a cabo de manera competente para la obtención de resultados válidos.

Es este reconocimiento, no sólo a nivel país sino en el exterior, a través de acuerdos de reconocimiento mutuos, lo que facilita la ampliación de mercados y una mayor agilidad en el comercio internacional.

Diferencias de contenido de la versión 2017 de la norma frente a la anterior 2005

Para los lectores que trabajan en laboratorios que no cuentan con ensayos acreditados, esperamos esta guía pueda resultarles de utilidad.

Para aquellos que ya poseen ensayos acreditados, al realizar una lectura del mismo, tal vez puedan encontrar ejemplos que les permitan apuntar a la mejora continua.

La versión 2017 de la norma plantea algunas diferencias con respecto a la anterior del año 2005, se citan algunos de ellos a continuación. En algunos casos son aspectos nuevos y en otros son temas que ya se trataban pero que en la presente edición se les brinda más fuerza o se explicita de manera diferente el requerimiento.

En líneas generales, presenta un pensamiento basado en el riesgo y requisitos basados en el desempeño.

Existe una mayor flexibilidad en cuanto a requisitos de procesos, procedimientos, información documentada y las responsabilidades dentro de la organización.

En forma más particular, se detallan los apartados en que se identifican modificaciones:

- *Conformación de la norma (no mantiene la misma estructura con respecto a la versión anterior)*
- *Imparcialidad (apartado 4.1)*
- *Confidencialidad (apartado 4.2)*
- *Requisitos de estructura (apartados 5.2, 5.3 y algunos ítems de los apartados 5.6 y 5.7)*
- *Generalidades (apartado 6.1)*
- *Personal (apartado 6.2)*
- *Equipamiento (apartado 6.4)*
- *Trazabilidad metrológica (apartado 6.5)*
- *Productos y servicios suministrados externamente (apartado 6.6)*
- *Revisión de solicitudes, ofertas y contratos (apartado 7.1)*
- *Selección, verificación y validación de métodos (apartado 7.2)*
- *Muestreo (apartado 7.3)*
- *Manipulación de los ítems de ensayo (apartado 7.4)*
- *Registros técnicos (apartado 7.5)*
- *Evaluación de la incertidumbre de medición (apartado 7.6)*
- *Aseguramiento de la validez de los resultados (apartado 7.7)*
- *Requisitos comunes para los Informes (ensayo, calibración o muestreo) (apartados 7.8)*
- *Informe de declaración de conformidad (apartado 7.8.6)*
- *Modificaciones a los informes (apartado 7.8.8)*
- *Quejas (apartado 7.9)*
- *Gestión del trabajo no conforme (7.10)*
- *Control de datos y gestión de la información (7.11)*
- *Opciones en cuanto a implementar un Sistema de gestión según opciones A o B (apartado 8.1)*

- *Acciones para abordar riesgos y oportunidades (apartado 8.5)*
- *Revisión por la dirección (apartado 8.9)*

La Acreditación en el Uruguay

El Organismo Uruguayo de Acreditación (OUA) es el organismo designado para la gestión de acreditación en el Uruguay a partir del Decreto 089/010 donde se creaba el SUNAMEC (Sistema Uruguayo de Normalización, Acreditación, Metrología y Evaluación de la Conformidad).

El OUA basa sus actividades en la norma ISO/IEC 17011:2017 "Evaluación de la conformidad – requisitos para los organismos de acreditación que realizan la acreditación de organismos de evaluación de la conformidad".

Los pilares para sus procesos están basados en su misión, visión, imparcialidad, confidencialidad y equidad. El proceso de acreditación comienza con un acercamiento por parte del Organismo de Evaluación de la Conformidad (OEC) que desea contar con una acreditación al organismo acreditador.

En el caso de Uruguay, el OUA cuenta con diversos documentos y procedimientos los cuales se encuentran a disposición en su página web (www.organismouruguayodeacreditacion.org).

De esta manera cuenta con sus procesos sistematizados y a disposición de los interesados.

Al momento de considerar la acreditación, el OEC debe tomar en cuenta el OUADOC002, donde se establecen todos los requisitos para los OEC y consultar con el OUA sobre los tiempos que insume el proceso en su totalidad.

En primera instancia se debe completar la información en el formulario de solicitud y presentarla ante el OUA para su revisión y posterior comienzo del proceso.

Para saber cómo es el proceso de acreditación, el OEC puede consultar el OUAPRO009, donde se establecen las distintas actividades que el OUA realiza en los organismos de evaluación de la conformidad tanto para su acreditación inicial como para el mantenimiento de ésta.

En el OUA los ciclos de acreditación duran cuatro años. Una vez que se presentaron todos los documentos solicitados, se realizó el estudio documental, la evaluación in situ y se cerraron todos los hallazgos identificados, se eleva la documentación al Comité de Acreditación quien expide la resolución y con esa fecha comienza el ciclo de 4 años. En los tres años siguientes, de manera anual, se llevan a cabo las evaluaciones de mantenimiento de la acreditación y al cuarto año, se realiza la evaluación de re acreditación y comienza un nuevo ciclo.

En el marco del proceso global una instancia importante son las evaluaciones. En las mismas se da un intercambio sumamente enriquecedor ya que los evaluadores y expertos técnicos pueden ver en la práctica del laboratorio, la implementación de los requisitos y completar la comprensión del sistema del laboratorio, tomando como base el estudio previo de la documentación, pero al realizarla in situ, amplía la comprensión del sistema. Asimismo, en estas evaluaciones in situ, surgen oportunidades de mejora que son identificadas por el equipo evaluador por su experiencia al haber visto distintos sistemas implantados, y siendo también una fuente de ideas para el propio evaluado, ya que al estar trabajando con la propia documentación y estarla presentando y explicando, ocurre que se presentan ideas de cómo implantar la mejora en algunas actividades.

Durante las evaluaciones se revisa que los aspectos de los procesos relativos a las operaciones y gestión se encuentren de acuerdo a los requerimientos establecidos y se mantienen de manera continua.

Una vez culminado el proceso de acreditación, el organismo emite un certificado con un número lo que permite la trazabilidad. En el mismo se identifica la entidad legal acreditada, con su dirección y la fecha de vigencia de la acreditación.

Se incluye asimismo una tabla que contiene el producto/material a ensayar (en el caso de laboratorios ambientales aplica la matriz sobre la cual se esté trabajando), el nombre del ensayo, el rango de trabajo y el método de ensayo de referencia incluyendo la versión. Este certificado queda disponible en la página web del OUA a disposición para su consulta.

El OUA establece que además de cumplir con la norma de referencia para la Acreditación de ensayos de laboratorios, el laboratorio que desee acreditar ensayos debe cumplir con documentación adicional establecida por el organismo internacional ILAC. Por lo que se recomienda que a la hora de solicitar la acreditación con el organismo se tenga esto presente.

En el lapso en que dura la acreditación puede darse de alta nuevos ensayos ampliando de esta manera el alcance de acreditación. No es necesario esperar a que se cumpla la etapa de los cuatro años.

A la hora de realizar la planificación en cuanto al interés de Acreditación debe ser considerada la parte económica, la cual se encuentra detallada en el OUA-DOC004 Aranceles de acreditación del OEC.

Otro de los puntos importantes a tener en cuenta en la acreditación ya que es un requisito para la misma, es la participación en ejercicios interlaboratorios para lo cual se encuentra a disposición el OUADOC019, donde se disponen la política y requisitos que los laboratorios deben cumplir en su participación en ensayos de aptitud, comparaciones interlaboratorios y controles externos.

Asimismo, la página web del OUA cuenta con otros documentos técnicos de igual relevancia, como por ejemplo el OUADOC016 referido a la implicancia de la trazabilidad en las mediciones y otros de utilidad para esta actividad.

La Acreditación en el Mundo

Si el OEC necesita la acreditación de ensayos por un ente reconocido a nivel internacional, el Organismo Uruguayo de Acreditación cuenta con el reconocimiento de sus acreditaciones a nivel internacional debido a los acuerdos de reconocimiento mutuo que tiene firmados con IAAC e ILAC, que se mantienen con evaluaciones de pares al OUA cada 4 años y la participación de OUA en esos foros internacionales.

Esto permite que la acreditación brindada por un organismo de un país sea reconocida por otro país integrante del mismo acuerdo.

Se recomienda por tanto ingresar a la página web del OUA a los efectos de poder acceder a la documentación que allí se presenta.

El OUA es miembro de los siguientes organismos internacionales:

- ILAC: International Laboratory Accreditation Cooperation (www.ilac.org)
- IAF: International Accreditation Forum (www.iaf.nu)
- IAAC: Interamerican Accreditation Cooperation (www.iaac.org.mx)

El OUA posee reconocimiento de ILAC e IAF a través del arreglo de mutuo reconocimiento; con el primero desde 2010, y con el segundo desde 2011.

También es organismo firmante del Acuerdo de Reconocimiento Multi-lateral (MLA) de la Cooperación Inter Americana de Acreditación (IAAC).

El OUA presenta en su página web documentos guía que han sido elaborados por ILAC, IAF, ENAC, Cgre/INMETRO, pudiendo accederse a los mismos a través de sus respectivas páginas web. Muchos de los documentos elaborados por el OUA tienen como guía los elaborados por ILAC, en el marco del acuerdo de reconocimiento mutuo.

En la página de este organismo internacional se pueden encontrar muchos documentos de ayuda en el proceso de acreditación y para los distintos requisitos que plantea la norma de referencia, existiendo documentos guía (series G), documentos sobre política para la acreditación (series P), y diferentes videos relacionados con temas metrológicos, de reconocimiento mutuo y afines a las actividades del proceso.

II. Requisitos generales (Apartado 4)

Q.F. Soledad Andrade

1. Imparcialidad (Apartado 4.1)

En un laboratorio es imprescindible identificar y gestionar los riesgos que afectan la imparcialidad, esto no significa que se elimine la opinión individual en el trabajo, sino que consiste en que estas opiniones se encuentren libres de prejuicios, presiones, conflictos de interés y consideraciones, financieras, comerciales, personales o de otro tipo que no sean profesionales.



Fig. 1: Conflicto de intereses

Establecer herramientas y procedimientos que identifiquen los riesgos relacionados con la imparcialidad, fortalecen el concepto de credibilidad de las partes interesadas en su laboratorio.

Comprender y entender que puede llegar a influir y atentar contra la imparcialidad del trabajo es clave para establecer políticas y acciones, que tiendan a minimizar y erradicar estos riesgos.

El punto clave que el laboratorio debe desarrollar es como va a demostrar su imparcialidad, y para esto no basta con afirmar que es imparcial, para esto debe respaldar con políticas, procedimientos, registros y otra documentación la misma.

Ejemplos de riesgos de imparcialidad:

- El analista del sector de control de calidad, trabaja a medio tiempo entre este laboratorio y el sector de producción.
- Presiones indebidas para reportar resultados adulterados. Muchas personas por miedo a perder sus empleos ceden a las presiones de sus jefes para adulterar los resultados de los ensayos o las calibraciones.
- Conflicto de intereses, identificar si el personal tiene alguna relación de familia o parentesco alguno con clientes o personas que podrían afectar la imparcialidad. En caso de existir, el laboratorio deberá dejar establecido como evita el ejercer presión en las distintas actividades.
- Presiones políticas/comerciales//financieras pueden ejercer presiones indebidas para que se manipulen los resultados, se adulteren las compras, se reciban muestras que no cumplen los requisitos, se contrate personal incompetente, etc.

Empezar por la formación del personal gerencial y técnico es primordial para transmitir la importancia de la temática, sensibilidad y los riesgos asociados, debería ser uno de los primeros pasos a abordar.

Es importante que todo el personal conozca sus deberes y derechos frente a su cargo, el implementar un compromiso de imparcialidad y ética, establece los lineamientos en este sentido.

El uso de sistemas informáticos (LIMS o similares), que capturan y gestionan desde que ingresa la muestra hasta la emisión de los resultados, asegura que la información no pueda adulterarse con facilidad, más si el ingreso o acceso a estos datos es restringido.

Contar con un procedimiento para la comunicación de los datos sensibles y los reportes de resultados, evita los conflictos de intereses, además es recomendable que personas independientes a los procesos analíticos sean las que transcriban los datos y entreguen los informes de los resultados. Puede realizarse, asimismo, un chequeo cruzado de datos para asegurar que los mismos no han sido adulterados o haya existido errores de tipeo.

En el momento de la contratación de personas colaboradoras, tomar las precauciones necesarias que aseguren que no existen conflictos de interés de acuerdo a las tareas que realizará y la incompatibilidad con el origen de las muestras que se procesan, contemplando así la imparcialidad.

Abordar en reuniones el tema de imparcialidad como orden del día, ya sea con el personal o la alta dirección, ayuda a abrir espacios de discusión e identificación de riesgos, mejoras y oportunidades que benefician el intercambio y disminuyen los riesgos.

Algunos ejemplos de cómo abordar problemas de imparcialidad podrían ser excluir determinados colaboradores en algunas tareas en las cuales pudiera existir el riesgo de un conflicto de intereses. También, siempre que sea posible se puede implementar un sistema informático que rotule las muestras con caracteres alfanuméricos de manera de identificarlas manteniendo trazabilidad sin revelar el origen de las mismas.

Los riesgos identificados deben ser atendidos para eliminarlos o minimizarlos.

Identificación riesgos de imparcialidad:

- *Revisión de contratos de Análisis (para identificar si existe riesgo relacionado con el cliente o la actividad).*
- *Revisiones por la dirección.*
- *Auditorías internas.*
- *Revisiones de desempeño (para identificar cualquier riesgo relacionado con el personal).*

Como podemos demostrar la imparcialidad:

Tener una política especial de imparcialidad o

- *Incluir una declaración sobre la imparcialidad en la política de calidad*
- *Discutir la imparcialidad en la revisión por la dirección*
- *Establecer la temática en las reuniones técnicas y de gestión, detallando en actas.*
- *Implementar un sistema informático de rotulado de muestras.*

2. Confidencialidad
(Apartado 4.2)

Con el objetivo de garantizar la confidencialidad debe haber políticas y procedimientos claros que definan todas las normas en materia de confidencialidad, a través de una política escrita que defina qué información se puede y no se puede revelar.

También es necesario asegurarse que todas las personas que trabajan en el laboratorio transmitan que no es posible revelar información que podría ser privada, así como también el tomar medidas o mostrar al personal la seriedad con la que garantiza la confidencialidad desde la alta dirección que debe ser el ejemplo en este tema, así como su vínculo con la imparcialidad.

Animar a todo el personal a cumplir las normas de confidencialidad y tener en claro lo que sucederá a los que violen estas reglas. Considerar establecer dentro de todos los contratos las cláusulas de confidencialidad, ejemplo

“Custodiar y cuidar la documentación e información que por razón de su empleo, cargo o función conserve bajo su cuidado o a la cual tenga acceso, e impedir o evitar la sustracción, destrucción, ocultamiento o utilización indebidos”.

El laboratorio que contrate servicios de análisis, deberá establecer con el cliente el alcance de la confidencialidad de los datos generados, así como el detalle de si existieran procesos que se pueden desencadenar para publicar la información.

En relación a auditores, contratistas externos u otros proveedores en que, para el desarrollo de su labor sea necesario tener acceso a la información del laboratorio, es necesario que firmen un compromiso de confidencialidad (ver ejemplo en el Anexo I). Se puede establecer asimismo que para sus actividades, se encuentre acompañando por personal del laboratorio. Tomar las consideraciones del caso en las auditorías internas para la entrega de información del cliente. Contar con un documento detallado para el proceso para recibir y mantener una garantía adecuada de que todos en el laboratorio conocen la política de confidencialidad, incluidos los métodos para supervisar y modificar la política de ser necesario.

Se debe tener en cuenta, el hecho de que se utilice o divulgue información confidencial después de la desvinculación de la organización de las personas, siendo un punto a tomar en cuenta en la declaración de confidencialidad, por ejemplo agregando un plazo a dicha confidencialidad.

Abordar la confidencialidad del laboratorio e identificar las prácticas del laboratorio para proteger la información confidencial, puede estar desarrollada en una política de seguridad de la información por escrito, donde se establece un plan para responder, en tiempo y forma, a las solicitudes de acceso a los registros del laboratorio y/o a la información confidencial por parte de usuarios externos, o a la retirada del acceso a los mismos.

Considerar contar con un plan donde se describa exactamente cómo responderá el personal del laboratorio si es testigo de que éste viola políticas o procedimientos de confidencialidad o imparcialidad en el lugar de trabajo.



Fig. 2: Información confidencial

III. Requisitos relativos a la estructura (Apartado 5)

Q.F. Soledad Andrade

Todos los laboratorios que pretendan acreditar sus ensayos, deben ser una entidad legal. Por ejemplo puede ser una empresa o parte de un organismo gubernamental, universidad, departamento, organismos sin fines de lucro, individuo o institución que esté establecida ante la ley y tenga la capacidad de concretar acuerdos o contratos. La forma de obtener esta entidad legal, por ejemplo, en el caso de privados es con la constitución de la empresa, en el caso del estado con la ley que lo crea. El laboratorio debe contar con un detalle establecidos de su estructura organizativa, jerarquías e interrelaciones (organigrama) y ubicar el laboratorio dentro de ésta.

El establecer y especificar funciones y responsabilidades, en las autoridades y personal que dirige, mediante documentación como perfiles de cargos, procedimientos y registros, es de importancia para lograr verificar cualquier trabajo que incida en la validez de los resultados.

Se debe designar responsables de las operaciones técnicas y de proporcionar los recursos necesarios para asegurar que las actividades del laboratorio se realicen cumpliendo con los requisitos establecidos.

Es necesario documentar los procedimientos de tal forma que aseguren la coherencia de sus actividades y la validez de los resultados. Para llevar a cabo esta verificación, es muy importante que el personal se encuentre internalizado con los procesos y realizar auditorías internas e intercambios para asegurarse que lo que se encuentra detallado en los procedimientos, todo el personal lo comprende y lo ejecuta de la misma manera.

Establecer los procesos principales: manipulación de los ítems de ensayo (recepción, preservación, análisis de muestras y emisión de resultados), compras, atención de quejas y reclamos, análisis subcontratados, detallando los elementos de entrada y salida, así como los servicios de apoyo y el flujo de trabajo a realizar. También es importante tener en cuenta los procesos de apoyo. Una forma de registrar esto es el uso de mapas de procesos.

El laboratorio debe contar con personal que independientemente de otras actividades lleve tareas asociadas con el sistema de gestión, identificación de desviaciones y acciones para prevenirlas y mejorarlas, informar a la dirección del laboratorio sobre el desempeño del sistema y asegurar la eficacia de las actividades del laboratorio así como del aseguramiento de la validez de los resultados.

La dirección del laboratorio debe asegurarse que se efectúa la comunicación relativa a la eficacia del sistema y a la importancia de cumplir con los requisitos de aseguramiento de la validez de los resultados y del cliente, así también que se mantiene la integridad del sistema cuando se implementan cambios en las planificaciones ya establecidas, para esto el contar con un procedimiento de comunicación, en donde se detalle, las responsabilidades, los medios y los roles de cada miembro del laboratorio, es una herramienta útil.

IV. Requisitos relativos a los recursos (Apartado 6)

Q.F. Soledad Andrade – Q.F. Patricia Baklayan

1. Generalidades (Apartado 6.1)

Para que las actividades del laboratorio puedan llevarse a cabo, los responsables del mismo deben poder asegurar disponibilidad de personal, equipamientos, sistemas y servicios necesarios.

En estos perfiles o descripciones de cargo debe establecerse como mínimo algunas responsabilidades relacionadas con:

- Realización de muestras
- Preparación de muestras para ensayos o los ítems a calibrar
- Ejecución de ensayos
- Realización de calibraciones
- Planificación de ensayos o calibraciones
- Evaluación de resultados
- Desarrollo, modificación o validación de métodos
- Experiencia
- Cualificaciones
- Entrenamientos
- Tareas de Gestión

2. Personal (Apartado 6.2)

Todo el personal del laboratorio (incluido el personal de dirección, gerencial y comercial), debe actuar imparcialmente, ser competente y trabajar de acuerdo al sistema de gestión. Muchas veces encontramos en el mismo contrato de trabajo la declaración de imparcialidad y de confidencialidad como parte de este.

Además, se debe contar con perfiles de cargo o tareas detallados, donde se evalúa la competencia necesaria que debe tener el personal para desempeñar esa tarea o cargo, estableciendo dentro de este perfil, la educación apropiada necesaria, el entrenamiento, la experiencia, la capacitación necesaria y las destrezas demostradas ante quien corresponda.

Es importante mantener actualizadas las descripciones de cargos para el personal que en su trabajo pueda afectar la validez de la información brindada, por ejemplo definiendo frecuencias de revisión de las descripciones de cargos.

Los perfiles de cargo pueden encontrarse referenciados en un procedimiento donde además se encuentre la gestión relativa al personal, a saber, como se selecciona, entrena, supervisa y autoriza para que lleven adelante determinadas tareas o actividades, concluyendo con el seguimiento a la competencia del mismo. De manera específica, la norma estipula que el personal debe estar autorizado para la realización de actividades relativas a los métodos de ensayo y a los resultados emitidos.

En determinadas situaciones puede requerirse el confirmar que se mantienen las aptitudes. Por ejemplo, luego de licencias prolongadas. Cada laboratorio deberá evaluar la pertinencia de este punto y como llevarlo a cabo.

3. Instalaciones y condiciones ambientales (Apartado 6.3)

Las instalaciones y las condiciones ambientales no deben comprometer el buen funcionamiento del equipamiento, la validez de los resultados obtenidos ni el rendimiento del personal.

Se entiende por instalaciones la infraestructura necesaria para conservar las muestras y realizar las mediciones de forma controlada.

Se entiende condiciones ambientales todas aquellas variables que pueden afectar la muestra y las mediciones realizadas.

Las condiciones que pueden comprometer negativamente los resultados pueden ser a modo de ejemplo: temperatura, humedad, polvo, ruido, vibraciones, radiación, electricidad, contaminación microbiana.

Considerar incompatibilidades de coexistencia en una misma zona de equipos en cuanto a condiciones ambientales.

Ejemplos:

- Vibrador de tamices en la misma mesada que una balanza. Seguramente las vibraciones no van a dejar estabilizar la lectura en la balanza.
- Mufla en la misma zona que balanza. Le temperatura elevada también desestabiliza la lectura de una balanza.
- Equipos colocados en mesadas cerca de ventanas. Tener mucho cuidado de considerar si es necesaria la apertura de esa ventana ya que puede ingresar polvo o cualquier objeto extraño en el equipo que pueda afectar la medida e incluso llegar a dañarlo.

Se deben documentar los requisitos necesarios para asegurar la validez de las mediciones en el caso que corresponda en cuanto a instalaciones y condiciones ambientales. Asimismo, deben estar documentadas las acciones a tomar en caso de apartamiento de las condiciones respecto a los requisitos establecidos.

Por ejemplo se puede utilizar una planilla impresa, un archivo electrónico o utilizar un software si existiera, donde se establezcan las condiciones ambientales a controlar, su registro, apartamiento si ocurriera, acciones tomadas, fecha y todo lo relacionado a esta gestión, de forma de poder realizar la trazabilidad tanto al cumplimiento como a los apartamientos identificados. En el Anexo II se muestra un ejemplo de cómo se podría documentar los requisitos ambientales necesarios para el funcionamiento de un espectrofotómetro de absorción atómica.

En caso de modificaciones en las instalaciones se debe realizar un estudio de riesgo e impacto de estos cambios con el fin de no afectar el desempeño del laboratorio.

Al instalar un equipo se debe tomar en consideración si se ubicará en una sala especial o si puede ubicarse en un lugar con otros ya existentes, tener presente los requerimientos en cuanto a necesidad de consumo de energía eléctrica, instalación de agua o de un ducto para disposi-

ción final de aguas, condiciones de temperatura, espacio de mesada, tipo de mesada, espacio alrededor para poder operar el equipo, instalación en campana extractora si fuera necesario, suministro de gases.

En general los equipos de alto o mediano porte traen definido y especificado en sus manuales las condiciones ambientales para su correcto funcionamiento. En los casos de equipos en los que no se indican desde el fabricante las condiciones adecuadas para su uso, se buscan establecer las condiciones ambientales básicas detalladas a continuación:

- **Temperatura:** para este parámetro el equipo puede contar con sonda de temperatura de lo contrario se debe realizar la medida con equipo externo. Deben emplearse termocuplas o termómetros trazables a patrones internacionales.

- **Humedad:** dependiendo la determinación puede verse afectada por la humedad o no. Por ejemplo en pesadas de reactivos, considerar el paso previo de colocar los objetos y reactivos sacados de estufa a un desecador para llevarlos a temperatura ambiente sin que absorban humedad.

- **Polvo:** en todo laboratorio la existencia de polvo es inconveniente debido a que puede introducirse en los equipos, las muestras o depositarse en objetos.

- **Vibraciones:** seguramente la existencia de vibraciones inestabiliza la lectura de equipos. Por esto es necesario tomar en cuenta esta condición ambiental. Un ejemplo muy claro es en las balanzas las cuales deben estar apoyadas en superficies que neutralicen las vibraciones. Hay mesadas especialmente diseñadas para balanzas, pueden ser de acero inoxidable o granito. En forma alternativa, se puede fabricar una mesada y patas huecas y rellenarlas de arena. El fin siempre es que la mesada tenga un peso considerable para neutralizar las vibraciones. Es importante considerar que las patas tengan una base de goma.

Tomar en cuenta que en el caso de medida de las condiciones ambientales, éstas deben ser realizadas con equipos calibrados a los efectos de contar con trazabilidad a nivel internacional.

Para demostrar que se cumplen las condiciones ambientales en toda el área de trabajo, se verifica en al menos las zonas más desfavorables de forma de poder extrapolar los resultados obtenidos.

En cuanto a las instalaciones se debe implementar y realizar seguimiento de validez de las diferentes áreas dentro del laboratorio.

Para el diseño de las diferentes áreas de trabajo se deben considerar varios aspectos tales como el tipo de actividad, condiciones especiales, carga de trabajo, cantidad de personas, necesidad de separar áreas por existencia de incompatibilidades, accesos restringidos, tipos de limpieza requeridos y tomar en cuenta los posibles desarrollos a realizar a corto y mediano plazo.

Es importante considerar el flujo de actividades dentro de estas zonas de forma de optimizar las tareas, evitar inconvenientes y optimizar el trabajo.

- **Área de recepción y almacenamiento de muestras:** es por donde ingresan las muestras al laboratorio. Debe contar con un lugar y sistema de registro de ingreso y condiciones de llegada de la muestra y lugar de almacenamiento que asegure su correcta conservación hasta luego de transcurrido el plazo acordado de guarda de muestras analizadas.

- **Área de análisis:** dependiendo de las actividades a desarrollar se deben distribuir estas áreas. Se debe tomar en cuenta condiciones especiales de zona de lavado del material del laboratorio, zona de pretratamiento de la muestra, zona de medición, zona de balanzas.

- **Área de oficinas:** es un espacio destinado al trabajo en escritorio, planificación del trabajo, realización de cálculos, procesamiento de datos, emisión de informes.

- **Área de almacenamiento para reactivos, ácidos y solventes:** estas zonas deben estar delimitadas y mantener las condiciones necesarias de seguridad. Ordenar los reactivos y productos de acuerdo con criterio de incompatibilidades entre ellos y a su clasificación de toxicidad.

- **Otras áreas accesorias:** consideradas de utilidad por parte del laboratorio, a saber, sala para servidores, sala de reuniones, entre otras.

Se puede llevar adelante un inventario de los reactivos en cada lugar de guardado para acceder a los mismos de forma más fácil, y al mantenerlo actualizado permite contar con un estado de situación real y optimizar así la gestión de adquisiciones.

Cuando las actividades son realizadas fuera de las instalaciones del laboratorio, éste debe asegurar que todos los requisitos y criterios en cuanto a infraestructura y condiciones ambientales se cumplan de igual manera. Esta

situación debe estar debidamente documentada y controlada. Es importante tomar en cuenta las condiciones del transporte de las muestras a los efectos de mantener la integridad y representatividad de las mismas hasta la realización del ensayo.

4. Equipamiento (Apartado 6.4)

A los efectos de poder desarrollar sus actividades analíticas, el laboratorio debe contar con el equipamiento adecuado, pero no limitarse a: instrumentos de medición o equipos auxiliares, software, datos identificados como necesarios, consumibles y reactivos, patrones de medición y materiales de referencia, y puede incluir otro ítem que el laboratorio identifique como fundamental.

El laboratorio debe contar con un procedimiento para la gestión del equipamiento. Asimismo, debe establecer un programa de calibración y revisión del mismo.

A continuación, se presenta una introducción a los métodos analíticos para, a partir de los mismos, comprender el porqué es tan necesario la adecuada gestión del equipamiento.

4.1 Métodos analíticos

Los métodos analíticos son herramientas metrológicas esenciales para llevar a cabo el análisis químico. La selección de los mismos es una tarea importante dentro del laboratorio y la validación de ellos comienza con la selección del método más adecuado para cada aplicación concreta. Deben tenerse en cuenta la concentración y matriz del analito y también los niveles exigidos de exactitud y precisión y la disponibilidad de los instrumentos, la rapidez con que se necesita el dato, el costo implicado y los factores de seguridad.

Se puede establecer el siguiente orden de prioridades:

- Metodologías de referencias indicadas por la autoridad competente (si es para cumplir con reglamentos de la misma que exigen acreditación)
- Metodologías de referencia a nivel internacional emitidos por organismos reconocidos
- Son preferibles los métodos que han sido aplicados a la misma matriz

- Los métodos validados externamente en el intervalo de concentración de interés son mejores que otros alternativos. Son preferibles los que han demostrado su validez mediante estudios colaborativos
- Son preferibles los métodos que son ampliamente usados y recomendados por organizaciones internacionales relevantes, a aquellos que se usan con menor frecuencia

De acuerdo al fin del resultado a emitir se debe evaluar la metodología a emplear. Los métodos deben estar perfectamente documentados en forma de procedimiento o instrucción de trabajo y autorizados por la dirección del laboratorio y sin posibilidad de modificación por parte de los analistas o personal técnico.

Clasificación metrológica de los métodos analíticos:

Método definitivo (según IUPAC): Método de excepcional calidad científica suficientemente exacto para permitir por sí mismo la determinación de una propiedad para la certificación de un material de referencia. Dicho método debe poseer un fundamento teórico sólido para que los errores sistemáticos sean despreciables cuando se usan. La cantidad de analito o su concentración deben medirse directamente en términos de unidades básicas de medida o indirectamente a través de ecuaciones teóricas relacionadas.

Los **métodos de referencia** deben demostrar su exactitud (trazabilidad por tanto), por comparación directa con un método definitivo o un material de referencia primario.

Clasificación de los métodos analíticos desde el punto de vista de la trazabilidad:

Métodos absolutos, que se relacionan directamente con patrones básicos (como son los métodos gravimétricos o coulombimétricos).

Métodos estequiométricos, que se relacionan con patrones de tipo químico-analíticos que no contiene el analito (volumetrías y espectrometría de masas con dilución isotópica).

Métodos relativos, que precisan la calibración metrológica de la respuesta del instrumento de medida respecto a la concentración mediante patrones químico-analíticos que sí contienen el analito objeto de determinación.

A partir de la Guía ISO /IEC 33 se establece una diferenciación de los métodos de cuantificación entre métodos calculables y métodos relativos.

Un método calculable es aquel que origina el resultado mediante cálculos basados en las leyes que rigen los parámetros químicos y físicos, que se materializan en fórmulas matemáticas en las que están implicadas tanto constantes como las medidas tomadas durante el proceso analítico

Un método relativo de cuantificación es aquel que se basa en la comparación de las medidas de la muestra (tratada o no) y las originadas por un conjunto de estándares químico-analíticos de la que se deduce el resultado sin necesidad de cálculos basados en teorías físicas o químicas.

Dentro de los métodos relativos se distinguen otros dos tipos de métodos, los métodos relativos por interpolación y los métodos comparativos. En los **relativos por interpolación**, se usan instrumentos con los que es posible definir una relación clara y sin interferencias entre la señal generada y la concentración del analito, que se expresa por medio de la curva de calibración. En los **métodos relativos comparativos** la comparación se establece entre la señal que genera la muestra y las que originan muestras patrón con una composición semejante a la muestra, que se usan cuando la respuesta del instrumento no sólo depende de la concentración del analito sino de la matriz.

Clasificación de los métodos analíticos según su origen:

Métodos oficiales son aquellos que son elegidos por los organismos reguladores como los métodos que deben ser usados para la realización de los ensayos para considerar los resultados como válidos.

Métodos normalizados son métodos publicados a nivel nacional o internacional por el organismo de normalización correspondiente.

Métodos estándar o de referencia son los desarrollados y rigurosamente validados por organizaciones de prestigio.

Métodos de revistas científicas deben usarse con suma precaución y validarse en el propio laboratorio.

Métodos internos desarrollados por el laboratorio deben validarse antes de su empleo y documentarse perfectamente.

La extensión de los parámetros objetivos a incluir en la validación depende de la bibliografía de origen de donde se tome el procedimiento.

4.2 Gestión de equipamiento

Los laboratorios deben disponer del equipamiento adecuado para sus actividades, que cubran todas las etapas. Desde las actividades de muestreo (si corresponde), preparación de las muestras y medida necesaria para la correcta realización de los ensayos y las calibraciones.

Una vez detectada la necesidad de nuevo equipamiento y acordada su adquisición por los responsables del laboratorio, se sugiere designar a una persona para llevar a cabo las gestiones necesarias para dicha adquisición.

En primer lugar, es preciso definir de la forma más clara posible las especificaciones técnicas requeridas ya que determinarán los criterios para su selección.

Entre los requisitos básicos que se le pide a un equipo se encuentran:

Sensibilidad, Resolución, Estabilidad, Intervalo de medida, Rapidez y grado de automatización, facilidad para la obtención y tratamiento de los datos; y aptitud para el uso según las necesidades del laboratorio.

Puede ser que a veces algunos de los considerados complementarios deben ser vistos como básicos y viceversa. Cuando hablamos de consumibles como pueden ser por ejemplo placas de Petri o filtros estériles para análisis microbiológicos, se deben tener en cuenta algunos factores diferentes a los que se tienen en cuenta a la hora de adquirir un instrumento de medición. En el caso de filtros estériles los requisitos básicos que se le piden pueden ser:

Material del filtro, diámetro del filtro, diámetro del poro, libre de glicerina, sin áreas hidrofóbicas y método de esterilización del filtro.

Es conveniente el recabar referencias de los proveedores sobre los equipamientos que mejor se ajustan a los requerimientos y de otros iguales adquiridos por otros laboratorios.

A continuación el laboratorio debe sopesar toda la información disponible con objeto de seleccionar un proveedor determinado.

Entre los requisitos complementarios se incluyen:

- *Costo (incluido el de importación si correspondiera, seguro y traslado si aplica, instalación y calificación operativa del mismo. Evaluar incorporación de solicitud de capacitación al personal en la adquisición, además de equipos accesorios identificados)*
- *Dimensiones*
- *Robustez*
- *Condiciones ambientales de funcionamiento*
- *Versatilidad*
- *Antecedentes y experiencia del servicio técnico*
- *Disponibilidad de repuestos*
- *Período de garantía*
- *Necesidad de recibir capacitación por parte del proveedor antes de la puesta en marcha del equipo*
- *Documentación suministrada con el equipo*
- *Suministro de consumibles asociados*

4.2.1 Recepción y puesta en servicio

En el momento de la recepción del equipo es preciso comprobar junto al vendedor que los embalajes no han sufrido ningún desperfecto y verificar la recepción de todo el material y los accesorios acordados.

Si la instalación y puesta en marcha requiere la participación del servicio técnico, lo anterior se hará con ellos. Si el servicio técnico no participa, el laboratorio verificará entonces que sean realizadas por personal competente, de manera que no invalide la garantía. Esta etapa dará lugar a los registros correspondientes.

Seguidamente, es preciso verificar que en aquella ubicación concreta el equipo cumple las especificaciones operacionales que llevaron a su selección como equipo idóneo. Esto será realizado por el servicio técnico y/o personal del laboratorio según quien haya realizado la instalación, siguiendo las instrucciones sobre parámetros a controlar y teniendo en cuenta los intervalos de aceptación de los mismos proporcionados por el proveedor.

En caso de los equipos modulares la calificación operacional se realiza en primer lugar en cada módulo por separado y posteriormente se comprueba el funcionamiento correcto del conjunto del sistema.

La calificación operacional se realizará además en otros momentos de la vida del equipo, como por ejemplo después de operaciones importantes de mantenimiento o de actualización, de periodos largos de inactividad, de un cambio de ubicación, cuando se produzcan cambios significativos en la forma de usarlos o en caso de desperfecto.

Una vez verificado y antes de que entre en su etapa rutinaria habrá que identificarlo (ingreso a un inventario) y formar a las personas que lo usarán.

Antes de su aceptación, debe probarse que el equipo es adecuado para el uso en el laboratorio (muestras, matrices propias).

4.2.2 Etapa de funcionamiento rutinario

Los equipos deben ser operados por personal competente autorizado.

Las distintas partes del equipo irán experimentando desgastes debido al propio funcionamiento, a la influencia de las condiciones ambientales, a cambios en la calidad de los suministros y también a manipulaciones no siempre correctas. Para minimizar la influencia de este desgaste sobre la validez de los resultados es necesario llevar adelante las oportunas acciones de control, mantenimiento preventivo, calibración y/o verificación.

4.2.3 Acciones de mantenimiento

Hay que diferenciar las acciones de mantenimiento preventivo de las correctivas.

Mantenimiento preventivo: tiene por objeto garantizar el funcionamiento correcto del equipo y evitar la aparición de averías.

El laboratorio debe disponer de un plan de mantenimiento preventivo de los equipos donde figuren las acciones a realizar sobre los mismos, la frecuencia de las mismas y los responsables de llevarlas a cabo.

El laboratorio deberá elaborar las instrucciones para llevar a cabo las acciones de mantenimiento y los registros que evidencien las intervenciones realizadas.

La frecuencia con que se llevará a cabo las acciones depende de las características del equipo, del uso del mismo y de las condiciones ambientales donde se encuentra. Los intervalos establecidos pueden modificarse en función de los resultados de calibración o verificación, cuando se deban analizar muestras comprometidas o que contaminen el equipo.

El mantenimiento preventivo debe incluir: número de inventario del equipo, definición de trabajos de mantenimiento, frecuencia, supervisión, capacitación del personal responsable, registro y documentación, etiquetado.

Mantenimiento correctivo: tiene por objetivo la reparación de las averías y la corrección del mal funcionamiento, en general es efectuada por personal del servicio técnico. Será muy conveniente contar con stock de repuestos que cubran necesidades de mantenimiento preventivo e incluso las más frecuentes del correctivo.

4.2.4 Calibración

El objetivo de la calibración es evaluar la capacidad de medida de los instrumentos con objeto de garantizar la compatibilidad de los resultados con los obtenidos por otros laboratorios.

Suelen distinguirse dos tipos de calibración: la directa y la indirecta o analítica

Calibración directa:

Lo que la caracteriza es la coincidencia entre la magnitud realizada por el patrón y la magnitud medida por el instrumento.

Como resultado de la calibración directa se obtiene una corrección que puede expresarse en forma de una diferencia o en forma de un factor, en ambos casos debe quedar perfectamente definido el intervalo de aplicación de la corrección y la validez de la aplicación de la misma.

Calibración Indirecta:

En ella las respuestas del instrumento o sistema de medida se expresan en forma de una magnitud distinta de la del patrón o patrones de calibración.

Empleo de curva de calibración:

Curva de calibración: Este método se basa en la medida de la señal de un cierto número de patrones sintéticos que contienen cantidades perfectamente conocidas de analito y la consiguiente interpolación de la señal de la muestra. La mayoría de las técnicas analíticas realizan las medidas sobre especies en disolución por lo que los patrones pueden ser disoluciones líquidas obtenidas por dilución de un patrón más concentrado. Este patrón más concentrado puede prepararse a partir de un material de referencia certificado (MRC) para poder preservar la trazabilidad metrológica de la calibración. El número de patrones depende de la exactitud y la precisión requeridas. En caso de funciones lineales es frecuente preparar entre tres y cinco patrones, para otras funciones se requiere un número más elevado de patrones. Si existen en las mues-

tras sustancias que influyen en la señal deben ser introducidas necesariamente en los patrones.

Adición estándar: Se aplica cuando existe un efecto de la matriz (aditivo, no multiplicativo) que no es posible corregir. Aquí se miden la dilución de la muestra y diluciones que además de la muestra contienen cantidades conocidas de analito, que actúan como patrones. El número de adiciones está entre una y tres. Acá la función debe ser lineal y sin 'término independiente', por lo que si existe contribución del blanco a la señal deberá restarse la misma. En este caso es como si se hiciera una recta de calibración para cada muestra.

Se pretende tomar varias porciones iguales de muestra, donde a cada una se le adiciona cantidades crecientes exactamente conocidas de analito. Todas las porciones deberán presentar el mismo factor de dilución. Al graficar la señal en función de las cantidades de analito agregadas, por una serie de cálculos entre la pendiente y la ordenada en el origen se puede extrapolar la concentración del analito en la muestra.

Patrón interno: Se aplica cuando entre medidas sucesivas es difícil mantener alguno de los parámetros operativos o reproducir la cantidad de muestra sometida al proceso de medida.

Este tipo de curva se genera añadiendo a la muestra y los patrones cantidades conocidas de una sustancia que denominaremos Patrón Interno (PI). Luego se mide la señal, del analito y del PI. La recta de calibración en este caso relaciona el cociente de las señales con el cociente de concentraciones.

Una sustancia para poder ser considerado un buen patrón interno no puede estar presente en la muestra, debe presentar un comportamiento análogo al del analito en el proceso analítico y no debe reaccionar con ninguno de los componentes de la muestra. A veces es difícil encontrar un PI que cumpla los requisitos mencionados.

Para que una calibración tanto directa como indirecta, sea significativa es imprescindible garantizar la trazabilidad de los patrones. Esto se logra a través de laboratorios de calibración acreditados o bien proveedores de patrones químicos (materiales de referencia certificados) acreditados como proveedores de Materiales Referencia que cumplan con la norma ISO 17034. En el caso de no existir proveedores acreditados entonces se puede optar por proveedores que declaran cumplir con ISO 17034. En el Anexo VII se detallan algunos proveedores de materiales de referencia.

En todos los casos los valores de una calibración deben ir acompañados de una estimación de la incertidumbre asociada, que se transmitirá a todas las medidas realizadas en ese equipo.

La calibración debe incluir:

- Programa de calibración
- Procedimiento para la calibración,
- Evaluación de la capacidad del equipo,
- Identificación de los requisitos de la calibración,
- Selección de los patrones de calibración,
- Selección del procedimiento para realizar la calibración,
- Establecimiento del plan de calibración (intervalo inicial, reglas para ajustar los próximos intervalos),
- Establecimiento de una sistemática que asegure que los equipos con fecha de calibración vencida no sean utilizados,
- Selección de sistemas de etiquetado para identificar visualmente la calibración,
- Fecha de caducidad e identificación de quien lo calibró,
- Establecimiento de una metodología para evaluar las calibraciones,
- Fijación de los criterios de aceptación.

Siempre será necesario averiguar la incidencia que el mal funcionamiento haya podido tener sobre los resultados obtenidos en el periodo inmediatamente anterior a la detección de la avería. Si fuera necesario, se avisaría a los afectados por los resultados, se repetirían los análisis y se harían las oportunas rectificaciones en los informes correspondientes.

Para estudiar la adecuación al uso del equipamiento se determinan los requisitos de medición del equipamiento y teniendo en cuenta la calibración se evalúa si es adecuado o no para ese requisito.

Previamente se define criterio de conformidad para realizar esta evaluación de adecuación al uso.

4.2.5 Verificación

La calibración no es suficiente para asegurar que un equipo trabaja en condiciones óptimas y garantizar entonces la comparabilidad de sus medidas con las obtenidas por otros equipos u otros laboratorios.

La verificación se puede definir como la confirmación del cumplimiento de especificaciones, expresada como tolerancias. De esta definición se puede observar que calibración y verificación son actividades diferentes y en muchos casos complementarias.

Como resultado final del proceso de verificación de un equipo, se adoptan decisiones sobre el estado del equipo y pueden darse tres situaciones diferentes:

- el estado del equipo es correcto.
- el equipo puede ser usado con restricciones (puede afectar al rango, o puede ser una corrección). Se puede colocar una etiqueta indicativa al respecto en el equipo, para asegurar su uso correcto.
- el equipo no puede ser usado (debe ser reparado o ajustado). En este caso debe ser retirado o bien dejado en el lugar con una etiqueta que indique que se encuentra fuera de uso.

4.2.6 Tratamiento de equipos defectuosos

Una vez detectada la avería o la anomalía en el funcionamiento se pone en conocimiento del responsable del equipo, quien lo identificará como fuera de uso y realizará las gestiones para su reparación. Una vez reparado y antes de ponerlo en servicio se deberá calibrar el equipo y verificarlo de ser necesario. Estas actividades quedarán recogidas en los registros correspondientes.

4.2.7 Equipos exteriores al laboratorio

Si el laboratorio necesita usar equipos que estén fuera de su control, debe tomar las precauciones para que cumplan de todas maneras con los criterios de la Norma 17025, especialmente que las calibraciones se hagan manteniendo la trazabilidad metrológica y por personas que puedan demostrar su competencia técnica según los requisitos de UNIT/ISO 17025.

4.2.8 Registro e Identificación del funcionamiento del equipamiento

Se debe contar con un registro actualizado de los equipos de medición indicando si requiere o no mantenimiento y/o calibración/verificación así como la rotulación de los mismos.

Dichos registros pueden contener como mínimos los siguientes datos: nombre del equipo, nombre del fabricante, código de trazabilidad, número de serie, fecha de recibido y puesta a punto, localización, condiciones ambientales. En este mismo registro se puede llevar registro de las intervenciones realizadas, cambios de consumibles, roturas. De esta forma se puede tener acceso a todo el historial del equipamiento.

Todo equipo de medición y su software se identifican de forma que su estado de funcionamiento sea fácilmente reconocible (ejemplo reserva, fuera de uso, fecha de vencimiento de la calibración, necesidad o no de calibración, etc.).

A modo de ejemplo, se mencionan a continuación parte del equipamiento de un laboratorio y la gestión a realizar.

4.3 Balanzas y pesas

En la actualidad en la mayoría de los laboratorios analíticos se utilizan las balanzas electrónicas por su grado de precisión, veracidad y costo accesible.

Las balanzas electrónicas se ajustan con pesas calibradas por un laboratorio de calibración acreditado. Muchas veces este ajuste puede efectuarse mediante una pesa interna incorporada por el fabricante a la propia balanza, en estos casos será aconsejable contrastar con cierta periodicidad dicha pesa interna con pesas externas calibradas.

Las pesas de referencia deben ser trazables a los patrones nacionales e internacionales de masa. Pueden considerarse cuatro niveles fundamentales de jerarquía:

- *en primer lugar el BIPM donde se conserva el Kg patrón*
- *en segundo lugar los laboratorios de calibración acreditados.*
- *en tercer lugar los centros nacionales de metrología*
- *en cuarto lugar los usuarios finales que deben demostrar competencia técnica y trazabilidad metrológica (ver OUADOC 016 para detalles sobre esta jerarquía)*

En las balanzas analíticas debe verificarse la precisión, la linealidad, la deriva en el tiempo y la excentricidad (mide la influencia sobre la pesada de la posición del objeto en el platillo). Por otra parte la calibración que determina la exactitud de las pesadas implica el ajuste de la pendiente de la función que relaciona la indicación de la balanza con la masa del objeto.

Resulta difícil establecer de forma general la periodicidad con que deben llevarse a cabo dichas operaciones, cada laboratorio en función del grado de uso de las balanzas así como de la estabilidad mecánica y térmica de la sala donde estén ubicadas, establecerá el programa de verificación y calibrado. Por ejemplo algunos laboratorios tienen como criterio realizar la verificación con pesas externas a la balanza una vez al día antes del primer uso.

El buen funcionamiento de la balanza es decisivo para asegurar la calidad de los resultados finales. Existen unas reglas generales que se deben tener siempre presentes para su empleo correcto:

- Los objetos que se van a pesar nunca se tocan con los dedos (por ejemplo utilizar guantes de tela)
- Los objetos a pesar deben estar a temperatura ambiente, evitando corrientes de convección de aire
- Nunca se depositan directamente los reactivos o las muestras que se pesan sobre el platillo de la balanza (si cae sustancia en los mismos se limpia con brocha de cerdas)
- La anotación del peso se efectuará con las puertas de la cabina de pesada cerrada
- Colocar y retirar los objetos del platillo con suavidad ya que no hay posición de bloqueo como en las mecánicas

4.4 Material volumétrico

Es en los métodos volumétricos donde este material alcanza su máximo exponente como instrumentación analítica, ya que proporciona la medida exacta del volumen gastado en la valoración llevada a cabo mediante una bureta o micro bureta.

Ejemplo de métodos volumétricos donde este material es protagonista son por ejemplo la determinación de alcalinidad, dureza o la determinación de la demanda bioquímica de oxígeno (DBO5).

El material volumétrico se clasifica en material de clase A de mayor precisión y material de clase B para trabajos de menor precisión. El de clase A es el más exacto. Sus características y tolerancias están especificadas en el certificado del fabricante. Para que no necesiten calibración por laboratorio acreditado, el fabricante debe realizar la calibración que tiene como resultado el certificado que adjunta de un laboratorio acreditado.

Existen normas internacionales (ISO) con las especificaciones del material volumétrico.

Calibración del material volumétrico

El material volumétrico debe ser calibrado por un laboratorio de calibración acreditado siempre que esta medida influya en la incertidumbre del resultado final a ser emitido.

Si se va a hacer una calibración interna la competencia técnica del laboratorio de ensayo para realizar esta calibración se debe demostrar (ver OUADOC 016).

El procedimiento consiste en la pesada de la cantidad de agua que puede contener o verter. Como la densidad del agua cambia con la temperatura, ésta debe conocerse para corregir la medida del volumen. Como además la densidad del agua es muy inferior a la del acero de las pesas por ello es preciso corregir el peso aparente del agua. Estos valores de densidad del agua referida a pesas en vacío están recopilados en obras de referencia.

Normalmente el calibrado de las pipetas se lleva a cabo desalojando el volumen de agua en un recipiente que es pesado. Se deben corregir aquí los pesos teniendo en cuenta el peso del aire desplazado por el agua y el peso del aire desplazado por las pesas y la densidad del agua a la temperatura de la medida.

Normalmente, el calibrado de las buretas se lleva a cabo desalojando porciones de 10 ml de agua en un recipiente continuamente pesado y también se deben hacer las correcciones como en las pipetas. Se construye luego un gráfico de calibrado en el que se representa el volumen acumulado corregido, frente a los ml leídos, de manera que las lecturas de rutina se corrijan automáticamente. Los matraces aforados se calibran directamente pesando la cantidad de agua que pueden contener y aplicando las correcciones pertinentes.

Con los resultados de estos procedimientos se puede realizar una verificación si se controla el cumplimiento de la tolerancia establecida para ese tipo de material volumétrico y su capacidad.

5. Trazabilidad Metrológica

(Apartado 6.5)

5.1 Estructura metrológica:

Se identifican cuatro niveles fundamentales de jerarquía:

1. Conferencia general de pesos y medidas (patrones primarios)
2. Institutos Nacionales de Metrología (patrones nacionales) en Uruguay LATU Metrología Científica y UTE laboratorio de calibración de magnitudes eléctricas
3. Laboratorios de calibración acreditados

Patrón de medición

Es una magnitud materializada, un instrumento de medición, un material de referencia certificado o un sistema de medición destinados a definir, realizar, conservar o reproducir tanto una unidad como uno o más valores de una magnitud de modo de transmitirlos por comparación a otros instrumentos de medición

Patrón internacional

Es un patrón reconocido por un acuerdo internacional para servir como base para fijar el valor de todos los otros patrones de la magnitud involucrada

Patrón Nacional

Es un patrón reconocido por una decisión nacional oficial para servir en un país cuyas mediciones son reconocidas por evaluaciones de pares y registradas en la base de datos del BIPM como base para fijar el valor de todos los otros patrones de la magnitud involucrada.

Patrones físicos

Existe estructura a nivel internacional.

Patrones químicos

El proceso de comparación entre el patrón y la muestra es en general más complejo e indirecto.

5.2 Metrología en química

Medir siempre es comparar respecto a patrones o referencias. Se puede distinguir tres ámbitos diferentes de medida: físicas, químicas y biológicas. En el ámbito físico las medidas son menos dependientes de las muestras. En el químico son objetos en los que además de las caracte-

rísticas físicas se asocia la composición cualitativa y cuantitativa y una determinada estructura. En el biológico las muestras son seres vivos en evolución y generalmente complejos en su composición y estructura.

Por todo esto resulta claro que existe diferente grado de complejidad al aplicar los principios metrológicos en cada ámbito y escala.

Se observa que el grado de dificultad de uno u otro tipo de medida es muy distinto, desde la propia disponibilidad de patrones hasta la variabilidad de los propios resultados (mucho mayor en el ámbito biológico que en el químico y a su vez en éste claramente superior a los resultados de tipo físicos)

Es indudable también que los protagonistas varían en cada tipo de medida. En las medidas físicas la atención recae sobre los equipos de medida, mientras que en las químicas y biológicas la atención se focaliza además sobre las muestras y sobre los métodos de medida.

Fundamentos básicos: trazabilidad e incertidumbre

Herramientas metrológicas: analista (calificación), patrones (referencias), métodos (validación), estadística.

Actividades básicas: definición problema analítico, muestreo, calibrado, validación proceso analítico, análisis propiamente dicho.

5.3 Trazabilidad

La trazabilidad como fundamento de la validez analítica

La información analítica generada por los laboratorios se basa en resultados que deben estar siempre expresados mediante dos valores numéricos $M \pm N$. Donde M representa la mejor estimación que se hace de aquello que se está determinando y N el nivel de duda que tiene tal estimación. El valor M está relacionado con la exactitud como propiedad analítica y la trazabilidad como propiedad metrológica, mientras que N lo estaría con la precisión analítica y la incertidumbre a nivel metrológico.

Según VIM se define trazabilidad como “ la propiedad del resultado de una medida o del valor de un patrón mediante la cual puede relacionarse con referencias establecidas, normalmente patrones nacionales o internacionales, mediante una cadena interrumpida de comparaciones cada una de las cuales con su incertidumbre calculada”.

Según esta definición hay que asociar tres aspectos fundamentales de la trazabilidad:

1. es exclusivamente una propiedad del resultado o valor asociado a un patrón
2. lo relaciona con referencias establecidas y debe indicarse cómo se relaciona con dichas referencias (cadena de trazabilidad)
3. todos los eslabones de dicha cadena y por supuesto el resultado final deben tener incertidumbres conocidas.

No se puede conseguir exactitud sin trazabilidad ni la trazabilidad tiene sentido si no lleva a resultados exactos. La trazabilidad de los resultados analíticos, obtenidos mediante la aplicación del proceso analítico, se consigue mediante el empleo de patrones adecuados, la calibración de los equipos implicados y la validación del conjunto.

La trazabilidad en algunas metodologías analíticas

Determinaciones gravimétricas

En este caso los resultados se obtienen a través de medidas de masas, por lo que calibrando la balanza con patrones trazables queda documentada su relación directa con patrones de alta jerarquía metrológica.

Determinaciones volumétricas

La diferencia con relación a la gravimetría es que además de lo expresado en el punto anterior se necesitan materiales de referencia, cuya trazabilidad está certificada por el proveedor que a su vez está acreditado según 17034.

Determinaciones instrumentales

La trazabilidad de las pesadas y los materiales de referencia necesarios, se asegura a través del calibrado de la balanza y el certificado de los materiales de referencia certificados. La diferencia importante está en la adecuación de la muestra al equipo de medida, donde se ponen en juego toda una amplia y variada gama de procesos de tratamiento en los que a veces no resulta fácil establecer la trazabilidad (de ahí la importancia de validar el conjunto del proceso) y la necesidad de calibrar el equipo de medida con patrones apropiados. A nivel instrumental se precisan generalmente dos tipos de calibrados para asegurar la trazabilidad: la calibración general de equipos (calibración directa) en la que el patrón y la medida tienen las mismas unidades y cuyo objetivo es que el equipo trabaje adecuadamente y la calibración analítica (o indirecta que define la relación que existe entre la señal instrumental y la concentración de una especie en particular y el patrón y las medidas tienen diferentes unidades.

La calibración indirecta es más compleja que la directa para asegurar la trazabilidad. Generalmente se habla de ella como la construcción de una curva de calibrado, que realmente es un modelo analítico que hay que validar.

No es posible comparar medidas o resultados y por tanto demostrar trazabilidad si cada una de estas medidas o resultados no van acompañadas de sus correspondientes incertidumbres.

La trazabilidad en su faceta de rastreo

Trazabilidad de un resultado

La trazabilidad de un resultado significa también su relación inequívoca con su muestra, que tiene que ver con la identificación clara de las mismas.

Trazabilidad también significa a este nivel, documentar el proceso de obtención del resultado (quien, como, cuando, ha sido obtenido el resultado, etc.).

Trazabilidad de un patrón

Los patrones son referencias metrológicas. La trazabilidad también concierne a sus valores, asignados como tales referencias. La trazabilidad de dichos valores debe estar demostrada documentalmente. La trazabilidad implica aportar otro tipo de información sobre la preparación del material y la obtención de los valores de referencia, que sólo se logra con Materiales de Referencia Certificados de proveedores acreditados, esto es esencial para asegurar la trazabilidad metrológica, por lo que en muchos casos cuando los certificados no tienen toda la información necesaria no son útiles como tales ya que se pierde la trazabilidad metrológica requerida.

Trazabilidad de un equipo

Cada equipo incorporado a un laboratorio debe poseer una serie de registros documentales que constituyen la trazabilidad de dicho equipo. Empiezan con el inventario, calibraciones, registro de uso del equipo, averías, etc. Por ejemplo se pueden implementar hojas de usuario donde informan sobre el personal que ha trabajado con el equipo, horas de funcionamiento, número de muestras procesadas, registros de incidencias, etc.

Trazabilidad de metodologías analíticas

Los métodos analíticos empleados en los laboratorios tienen que proporcionar resultados caracterizados por su trazabilidad. Existe una amplia variedad de métodos de referencia y métodos estándares validados por organismos reconocidos internacionalmente. A veces de forma genérica se los llama “métodos normalizados”, para indicar que se ajustan a una norma o a requerimientos concretos para los que han sido validados externamente al laboratorio que los va a aplicar. Generalmente se hace por un ejercicio de intercomparación entre laboratorios seleccionados, que demuestran conseguir los objetivos y

la comparabilidad de sus resultados al aplicar dicho método sobre la misma muestra.

Cuando un laboratorio usa esos métodos, debe verificar que es capaz de usarlo de la misma manera y que sus resultados tienen las mismas características analíticas que las especificadas. En este proceso de validación interna asegura la trazabilidad de sus resultados al emplear dicho método.

Trazabilidad de muestras

La trazabilidad de las muestras incluye además su representatividad respecto al sistema o población objeto de estudio, que deberá estar definido en función de las necesidades del cliente o usuario de esa información. Preservar la integridad y confidencialidad de las muestras (cadena de custodia) son aspectos derivados del concepto de trazabilidad de muestras.

6. Productos y servicios suministrados externamente

(Apartado 6.6)

Los productos y servicios suministrados externamente deben cumplir las especificaciones requeridas para que la validez de los resultados de los ensayos sea la adecuada. Para esto se debe contar con políticas y procedimientos para el establecimiento de requisitos del producto o servicio a adquirir, la elección, compra, recepción, verificación de especificaciones y almacenamiento de reactivos y otros consumibles, así como equipos, materiales de referencia, interlaboratorios o ensayos de aptitud, etc.

Si bien la comunicación con el proveedor ya estaba mencionado en la versión anterior de la norma, es en esta nueva versión que se hace hincapié en la comunicación de los criterios de evaluación utilizados por el laboratorio. Ejemplo de productos son: reactivos, material de referencia, patrones, equipos de medición, equipos auxiliares, etc.

Ejemplo de servicios son: servicios de muestreo, calibración, mantenimiento, interlaboratorios, auditorías, servicio de análisis subcontratados, etc.

Se debe conservar registros de estas actividades de forma de evidenciar su realización y poder hacer seguimiento a las mismas.

Se debe realizar periódicamente una evaluación de los proveedores de estos productos y servicios con el fin de evidenciar y detectar problemas que se puedan tratar a tiempo y corregir.

Es fundamental que los proveedores externos tengan claramente establecidas las especificaciones de los productos y servicios solicitados, relacionado con los criterios de aceptación, la competencia con que deben cumplir y la definición del emplazamiento donde deberán llevar adelante las actividades de servicio si éste fuera el caso.

La evaluación debe contemplar características técnicas (por ejemplo acreditaciones, estabilidad, cumplimiento de requisitos técnicos, certificaciones) y características de gestión (por ejemplo costo, tiempos de respuesta, consultas puntuales, solicitud de presupuestos, atención en cuanto a solicitud de reparaciones, entre otros).

V. Requisitos del proceso (Apartado 7)

Prof. Adj. Eleuterio Umpierrez - Qco. Alejandro Caamaño
Bach. Qca. Laura Patrone

1. Revisión de solicitudes, ofertas y contratos

(Apartado 7.1)

Este punto de la norma indica los requisitos que deberá tener el procedimiento para realizar una correcta revisión.

Teniendo en cuenta que en el alcance de una acreditación se especifican los ensayos que están abarcados por la misma, el hecho de revisar que se siga teniendo la capacidad y recursos para hacerlo, es algo que debe estar sistematizado.

Por ejemplo, si una parte del ensayo se debe subcontratar, por cualquier razón que sea se debe informar al cliente antes de proceder y se debe lograr su aprobación, dado que el cliente podría ya haber trabajado con ese otro Laboratorio y no estar de acuerdo en volver a subcontratarlo. Tener además claro que si el ensayo está acreditado, el laboratorio subcontratado deberá estar acreditado para que el resultado emitido pueda seguir bajo la acreditación.

Un punto importante y delicado es cuando se solicita una metodología que no es apropiada y se le debe comunicar eso al cliente. La comunicación con el cliente en forma directa, clara y transparente es deseable, por lo cual se debe asesorarlo sobre qué metodología es la más apropiada para su necesidad, aclarar todo lo que no se entienda por parte del mismo apoyarlo una vez entregado el resultado solicitado, respondiendo a todas las consultas que ameriten.

Si se requiere una declaración de conformidad la regla de decisión deberá estar clara y acordada desde un inicio. Un factor importante en este punto es la incertidumbre del laboratorio en el ensayo acreditado y basarse en evaluaciones estadísticas de la regla.

Más allá de los puntos especificados en la norma sobre este tema es necesario tener una visión global de la norma. Por ejemplo, que en la revisión de las solitu-

des, ofertas y contratos se tengan presentes los puntos 4.1 Imparcialidad y 4.2 confidencialidad.

Con respecto a esto, la imparcialidad debe quedar muy clara y definida para evitar conflictos de intereses, ya que el laboratorio acreditado es un servicio de tercera parte. Un ejemplo es no asesorar a las dos partes de un conflicto. Dejar claro a los clientes cuando uno hace servicios para la competencia, de manera que ambos lo sepan y lo acepten.

Pero esta situación también conlleva al punto de confidencialidad de los resultados e indicarle al cliente hasta qué punto esa confidencialidad puede cumplirse y cuando no.

Por ello la norma específica evitar conflictos de intereses o revisar el contrato de forma de evitar poner al Laboratorio acreditado en una situación delicada, comprometida. Aquí es importante tener en cuenta que una oferta, un servicio ofrecido puede comprometer la imagen del Laboratorio más allá del resultado de informe. A modo de ejemplo los laboratorios oficiales, no deberían realizar servicios para particulares.

Por otra parte, sabemos que la norma 17025 es una norma genérica que se aplica a todo tipo de laboratorios de ensayos, pero en cada rama particular de analítica aplicada hay organizaciones internacionales que definen requisitos extras a la norma. Por ejemplo, un laboratorio de Dopaje no puede realizar muestras a particulares independientemente si son deportistas o no. Solo puede hacerlo con Federaciones Deportivas. Otro ejemplo es que los contratos de laboratorios con la EPA son en exclusividad.

Ergo, en este punto se necesita una visión más allá de lo económico de cuánto sale, cómo se hace, qué se busca, en qué matriz y uno debe adentrarse en porqué

se hace, quién lo hace, para qué lo hace y que implicancias tiene esto para el laboratorio su imparcialidad y su confidencialidad.

Todos estos puntos deben ser registrados para tener evidencia de que se recibió como pedido, qué se acordó, qué se realizó y qué se entregó. Como actualmente existen varias vías de comunicación con el cliente: teléfono, email, redes sociales, reuniones virtuales, etc.; se deberá generar registros de todas estas actividades incluyendo día, hora, resumen de la reunión/acuerdos, decisiones acordadas y una confirmación por parte de los participantes que esos fueron los acuerdos.

Es importante que ambas parte (laboratorio y cliente) deben tener claro qué ensayos se van a realizar y que ambos se comprometen a brindar la información que corresponda para la correcta realización del análisis y posterior interpretación de los resultados.

2. Selección, verificación y validación de métodos

(Apartado 7.2)

Tanto la verificación como la validación de los métodos son procesos sumamente importantes para un laboratorio. No solamente es un requisito si el laboratorio desea acreditar dicho método de ensayo (el termino método también aplica a proceso de medición) sino también es una herramienta del Aseguramiento de la Calidad que permite al laboratorio informar resultados confiables.

2.1 Selección y verificación de métodos (Apartado 7.2.1)

El laboratorio debe contar con métodos y procedimientos apropiados para las actividades del laboratorio. No solamente debe contar con el procedimiento del método de ensayo, sino que debe contar con procedimientos que abarquen las actividades relacionadas con el método entre otros, tales como:

- *Evaluación de la incertidumbre.*
- *Uso de herramientas estadísticas para análisis de datos.*
- *Procedimiento para la validación del método.*

Un aspecto importante es que debe asegurarse que utiliza la última versión vigente de un método, a menos que no sea apropiado o posible. Cuando sea necesario, la aplicación del método se debe complementar con detalles adicionales para asegurar su aplicación de forma coherente.

La selección de los métodos se realiza a partir de la información suministrada por el cliente relativa al problema que debe resolver y también a partir de los conocimientos y la experiencia del personal del laboratorio, que ayudará al cliente a especificar de la manera más clara posible el tipo de información que necesita, se debe definir la información analítica requerida y con ella buscar los métodos que la puedan proporcionar. No se debe perder de vista los requisitos básicos requeridos por el laboratorio para dar resultados confiables, es decir aptos para el uso previsto.

Los criterios a tener en cuenta en la selección de los métodos analíticos son diversos y en cada caso habrá que sopesar la importancia relativa de los mismos. A continuación, se enumeran los más importantes:

- a. tipo de información requerida (cualitativa, cuantitativa, elemental, funcional, de especies químicas, o estructural),
- b. los niveles de concentración de los analitos (si son mayoritarios, o trazas),
- c. la matriz o matrices en las que se ensayará el analito y su variabilidad natural,
- d. la veracidad y precisión requeridas (la incertidumbre de medida va a ser dependiente de ello),
- e. el grado de validación de los métodos disponibles,
- f. la exigencia de requisitos legales sobre método de referencia a ser utilizado, la disponibilidad de los instrumentos y equipos (equipamiento en general),
- g. la complejidad del método y el nivel de competencia técnica del personal,
- h. la cantidad y frecuencia de análisis,
- i. el tiempo disponible para la obtención de los resultados,
- j. el costo,
- k. la seguridad de las personas y ambiental,
- l. disposición final de los residuos generados,

Luego de esta búsqueda y comparación de información disponibles pueden encontrarse con diferentes tipos de métodos:

- a. Método normalizado que cumpla con las necesidades, aquí solo será necesario demostrar que el laboratorio es capaz de reproducir los parámetros de desempeño del método reseñado para poder incorporarlo, tras el oportuno período de entrenamiento del personal, al trabajo rutinario. A esto se le llama verificación de un método.
- b. Métodos alternativos (ej. desarrollados por un fabricante o proveedor de equipos, etc.). Para la realización de la validación, el laboratorio debe disponer de la información técnica necesaria aportada por el fabricante y si corresponde complementarla con información adicional disponible.
- c. Método basado en una norma, es el método encontrado sólo satisface de forma parcial las necesidades y debe ser adaptado, u optimizado, luego de lo cual debe ser validado antes de incorporarlo a la rutina.
- d. Método desarrollado en el laboratorio: En otros casos, es todavía más difícil al no encontrarse ningún método apropiado lo que hace necesario desarrollarlo enteramente, luego entonces viene la etapa de optimización del mismo para luego entrar en la validación y posterior preparación para uso rutinario.

2.1.1 ¿Verificar o Validar?

Cómo se mencionó en la sección anterior si se emplea un método normalizado y no existe apartamiento del mismo lo que corresponde es realizar una verificación. En el resto de los casos, método alternativo, método basado en una norma o un método desarrollado en el laboratorio lo que corresponde es realizar una validación.

¿Cuál es la diferencia entre verificar o validar un método de ensayo?

Según la norma ISO/IEC 17025:2017:

- **Verificación: aportación de evidencia objetiva de que un ítem dado satisface los requisitos especificados.**
- **Validación: aportación de evidencia objetiva de que un ítem dado satisface los requisitos especificados, cuando los requisitos especificados son adecuados para el uso previsto.**

Por lo tanto, en una verificación, se verifica que la evidencia objetiva obtenida durante ensayos (estudios de parámetros de desempeño) cumple con los requisitos especificados en el método normalizado.

Durante la validación, si bien se realizan ensayos para el estudio de parámetros de desempeño del método, hay que considerar que las modificaciones realizadas a un método normalizado, la utilización de un método alterno o utilizar un método desarrollado por el laboratorio son adecuados al uso o sea que cumplan con las especificaciones previstas contemplando estos cambios.

De esto se desprende que cuando se realiza una validación, la cantidad de parámetros de desempeño y la cantidad de ensayos son mayores que durante una verificación. Normalmente se dice que la validación tiene que ser tan amplia como sea necesaria.

A continuación, se ejemplifica con un esquema el grado de validación requerido dependiendo de la situación:



Fig. 3: Grados de validación

2.2 Validación de los métodos

(Apartado 7.2.2)

2.2.1 Tipos de validación:

- Interna cuando el proceso se circunscribe al ámbito de un único laboratorio (desarrollo de método propio, adaptación con modificaciones importantes de un método ajeno, implementación de un método normalizado).
- Externa cuando se contrata a otro laboratorio para que desarrolle la validación y luego la transfiera al solicitante.

El grado de validación de un método puede variar significativamente dependiendo de su origen, su ámbito de aplicación y sus características.

Cuando se trata de un método nuevo, desarrollado enteramente en un laboratorio o un método basado en modificaciones significativas de otro ya existente, el laboratorio debe someter el nuevo método a una validación exhaustiva, verificando todos los parámetros de desempeño que se consideren relevantes.

Cuando un laboratorio adopta un método normalizado (ISO, AOAC, APHA, o algún otro reconocido internacionalmente), sólo debe comprobar que lo aplica correctamente evaluando la veracidad y la precisión de sus medidas, así como verificando otras propiedades analíticas de interés para la aplicación prevista (rango de medida, linealidad, límite de detección).

Los parámetros que deben evaluarse durante la validación de un método dependen de las características del mismo. Por ejemplo, un método cualitativo no incluirá precisión, intervalo dinámico ni, por supuesto, límite de cuantificación. En el caso de un método cuantitativo destinado a la determinación de componentes mayoritarios, no será necesario evaluar los límites de detección y de cuantificación, en cambio estos parámetros serán imprescindibles en los métodos destinados a análisis de trazas o cuando los valores habituales se encuentran cercanos a los valores normativos.

c. Validación retrospectiva

Puede tener dos cometidos:

- Se trata de formalizar y justificar el uso de un método utilizado sin haber sido validado exhaustivamente previamente.
- Se trata de monitorear en el tiempo determinadas características del método (generalmente reproducibilidad y límites de detección y cuantificación).

Para esto es necesario hacer una revisión histórica de los registros que serán utilizados como evidencia documental de la validación. La información que deberá evaluarse incluye los gráficos de control de exactitud (recuperación de materiales de referencia, y/o muestras fortificadas) y de precisión, resultados obtenidos en participación en ensayos interlaboratorios, análisis de blancos, experiencia del laboratorio en la utilización del método analizado, etc.

Se estudian todos los resultados obtenidos y se evalúa si el método se considera validado.

Cabe destacar que esto es posible siempre y cuando no hayan surgido cambios recientes en el proceso de análisis ni en el equipamiento.

2.2.2 ¿Qué se evalúa durante una validación?

Durante una validación se realizan ensayos de tal forma que se evalúan los parámetros de desempeño de un método, algunos de los mismos son:

- Aplicabilidad.
- Selectividad (manejo de interferencias). Especificidad.
- Precisión (repetibilidad, precisión intermedia, reproducibilidad).
- Veracidad.
- Rango de trabajo.
- Linealidad.
- Límite de detección, Límite de cuantificación, límite de reporte.
- Robustez.
- Incertidumbre.

Cuales parámetros de desempeño se evaluarán y la profundidad de los ensayos dependerá de varios factores entre los cuáles se pueden encontrar:

- El tipo de analito (mensurando).
- Tipo de matriz o matrices a evaluar.
- Nivel de concentración del mensurando.
- Tipo de técnica analítica (por ejemplo: volumetría, técnicas separativas, espectrometría, método microbiológico, entre otras).

En el Anexo III, se indica a modo de ejemplo qué parámetros de desempeño se pueden evaluar en métodos físico-químicos.

2.2.3 Proceso de la validación

A continuación, en el siguiente esquema se representa el proceso de validación:



Se deben mantener registros del plan de validación y en el caso de corresponder, los apartamientos de éste, además se debe mantener registro de los resultados obtenidos.

Por último, se debe contar con el procedimiento de validación utilizado.

2.2.4 Establecer especificaciones y planificación de la validación

Previo a incluir la metodología en la rutina de análisis el método debe ser validado.

Antes de comenzar una validación es necesario establecer que especificaciones deben cumplir los parámetros de desempeño para demostrar que el método es adecuado al uso previsto.

Estas especificaciones pueden ser establecidas por el cliente, por el método de referencia con el cual se esté trabajando, por Entes reguladores o por el propio laboratorio. En algunas ocasiones las especificaciones pueden ser muy exigentes y el método podría no cumplir con ellas, en ese caso se pueden rever las especificaciones y en acuerdo con las partes interesadas se pueden modificar las mismas siempre que el método siga siendo adecuado al uso.

Una buena planificación de la validación es fundamental para la optimización de recursos durante la misma.

El objetivo de una buena planificación es realizar la mínima cantidad de ensayos para evaluar la máxima cantidad de parámetros de desempeño posibles.

Un punto importante para considerar es que el equipamiento tenga vigente su trazabilidad metrológica cuando la misma corresponda.

En la planificación se debe tener en cuenta:

- Tipo de matriz/es a analizar.
- Mensurados (analitos) a determinar y orden de concentración esperada.
- Interferencias.
- Requisitos legales o semejantes.
- Equipos necesarios para la aplicación del método.
- Nivel de detección requerido.
- Reactivos necesarios y sus requisitos por ejemplo de trazabilidad metrológica.
- Materiales de referencia.
- Blancos.
- Experiencia del personal involucrado.

Es necesario que el técnico responsable de la validación no solamente conozca en profundidad el método y la matriz, sino que además tenga conocimiento sobre

validación de métodos y sobre procesamiento estadístico de datos para poder procesar los obtenidos durante una validación.

Un aspecto importante es que durante la validación se utilicen muestras reales y que sean representativas de las muestras que habitualmente se analizan con el método a validar. Con esto se hace énfasis en que es necesario considerar la matriz a ensayar y no solo trabajar con soluciones con el mensurando en estudio.

Evaluación de parámetros de desempeño de un método:

No existe una única guía de como validar un método, esto dependerá del ámbito de trabajo, del tipo de mensurando (analito), de la matriz, tipo de método de medida, recomendaciones de entes reguladores, etc. En esta sección se desarrolla una forma de evaluar parámetros de desempeño de un método físico-químico cuantitativo. En otra sección se menciona las consideraciones para la validación de un método microbiológico.

Cabe destacar que muchas veces se realiza una serie repetida de análisis para evaluar los parámetros de desempeño del método. En la mayoría de los casos se considera que se trabaja con datos pertenecientes a una población con distribución normal. Por lo que es de utilidad antes de realizar cálculos para estimar los parámetros de desempeño evaluar la existencia de valores anómalos. La presencia de estos datos anómalos (datos que no pertenecen a la distribución normal) se pueden evaluar el test estadístico de Grubbs, en donde:

Hipótesis nula: no existen valores anómalos en la serie de datos

$$\text{Estadístico: } G = \frac{| \text{Valor sospechoso} - \bar{x} |}{s}$$

Siendo:

\bar{x} = promedio de las medidas

s = desviación estándar de las medidas (incluyendo el valor sospechoso)

Se acepta la hipótesis nula si el estadístico calculado (G_{calc}) < G ($\alpha; n-1$)

Por lo tanto, una vez que se obtiene una serie de datos se puede aplicar el test de Grubbs para rechazar valores sospechosos, ya que estos pueden afectar a cálculos posteriores cuando se evalúen los parámetros de desempeño correspondientes.

Aplicabilidad:

Antes de comenzar una validación hay que:

Definir claramente el analito (mensurando) a analizar. Por ejemplo, si se desea analizar el contenido total o soluble (por ejemplo, fósforo soluble o fósforo total). En el caso de análisis químicos se puede especificar la especie que se desea analizar (por ejemplo, Fe+2, Fe+3) o el isótopo que se busca cuantificar.

La matriz o matrices con la que se trabajará (por ejemplo; aguas naturales, aguas residuales, agua potable, suelo) y su variabilidad.

El rango de concentraciones donde se realizará la validación, ya que en algunos casos las especificaciones dependen del nivel de concentración sobre el que se esté trabajando.

Selectividad:

La selectividad del método (VIM, 4.13) se define como:

Propiedad de un sistema de medida, empleando un procedimiento de medida especificado, por la que el sistema proporciona valores medidos para uno o varios mensurados, que son independientes entre sí o de otras magnitudes existentes en el fenómeno, cuerpo o sustancia en estudio.

Si se trabaja con métodos normalizados no es necesario el estudio de selectividad, ya que, en el alcance del método, cuando corresponda, deberían ser mencionadas las interferencias y en el caso de ser posible como eliminarlas o minimizarlas.

El concepto de selectividad va ligado al concepto de interferencia, entendiendo por interferencia aquella(s) sustancia(s) que pueden causar un error en la determinación del analito de una magnitud relativa igual o superior a un valor establecido.

Las interferencias pueden clasificarse de acuerdo con criterios diversos. Desde un punto de vista práctico considerando elementos inorgánicos, el criterio más útil es el que distingue entre las interferencias que causan un error absoluto constante y las que causan un error absoluto proporcional a la concentración de analito. Las del primer tipo pueden asociarse a la acción de determinadas sustancias presentes en la matriz de las muestras o agregadas de forma no intencional durante el proceso analítico, mientras que las segundas están casi siempre relacionadas con efectos inespecíficos que a menudo se designan como efecto de matriz. Para el caso de sustancias orgánicas puede no ser sólo una sustancia sino un grupo funcional el que genere la interferencia, no cumpliendo una relación proporcional con el analito.

Ante la presencia de especies interferentes es posible adoptar distintas estrategias. La aproximación más general consiste en la aplicación de una técnica de separación que permita la segregación de las interferencias o del analito.

En algunos casos, mediante la aplicación de una técnica de enmascaramiento es posible obviar la segregación física de las especies interferentes. El enmascaramiento consiste en el bloqueo químico de la interferencia en el propio medio donde se realizan las medidas, evitando así su efecto sin necesidad de separación alguna.

En muchas técnicas y métodos analíticos también es posible optimizar las condiciones operativas con objeto de evitar/eliminar las interferencias.

Una forma de evaluar la presencia de interferencias es a través del estudio de veracidad ya que en el mismo se evalúa si existe un sesgo en la medida analítica.

Veracidad:

La veracidad es la diferencia entre el promedio de una serie extensa de medidas y el valor de referencia aceptado.

El concepto de veracidad puede confundirse con el concepto de exactitud

Exactitud:

Se define como la diferencia el valor medido y el valor real del mensurando en la muestra.

El apartamiento entre una medida y el valor aceptado se le conoce como error.

A continuación se presenta de manera esquemática las diferencias entre los conceptos expuestos anteriormente:

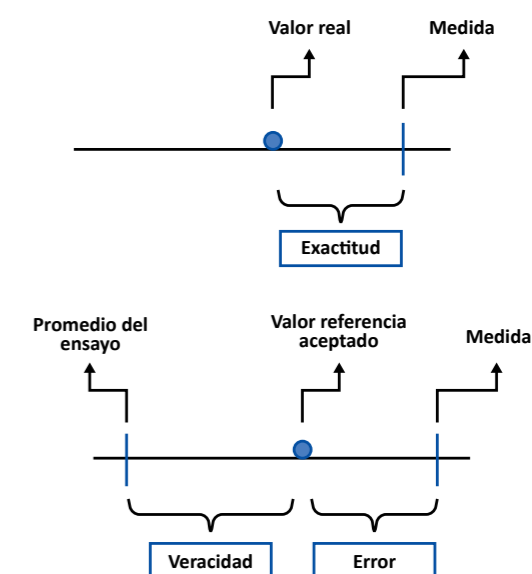


Fig. 5: Veracidad vs. Exactitud

Existen diversas formas de evaluar la veracidad de un método de análisis, si bien no todas ellas poseen la misma categoría metrológica ni la misma facilidad de aplicación. A continuación se describen algunas de ellas:

A. Uso de materiales de referencia certificados

Cuando se dispone de material apropiado, ésta es sin duda la aproximación óptima y consiste en la aplicación del método, cuya veracidad se requiere evaluar a un material de referencia certificado y la subsiguiente comparación del resultado obtenido con el valor de referencia. Obviamente se realizará un cierto número de replicados (al menos 7, idealmente igual o mayor a 10, pero depende del costo y la cantidad disponible del material de referencia certificado) a partir de los cuales se obtienen sendas estimaciones del valor central y de la dispersión.

Para evaluar si existe diferencia entre el valor obtenido y el valor aceptado se puede:

Comparar el valor obtenido con su intervalo de confianza contra el valor de referencia y sus límites de aceptación establecidos:

El intervalo de confianza (IC) del valor medido se estima como:

$$IC = \bar{x} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$$

Siendo:

n = cantidad de réplicas independientes

\bar{x} = promedio de las medidas

s = desviación estándar de las medidas

t = estadístico de Student de $n-1$ grados de libertad

Lo ideal es que el intervalo de confianza de valor obtenido esté incluido dentro de los límites de aceptación establecidos del material de referencia certificado.

Realizar un test estadístico de Student de comparación del promedio de los valores obtenidos contra el valor de referencia:

Considerando la hipótesis nula de que el promedio de los valores obtenidos es igual al valor de referencia aceptado:

$$H_0 : \bar{x} = \mu_0$$

En donde el estadístico a utilizar es:

$$|t| = \frac{\bar{x} - \mu_0}{s} \cdot \sqrt{n}$$

En este caso μ_0 es el valor de referencia aceptado, se acepta la hipótesis nula en el caso que:

$$|t| < t(\alpha; n-1) \text{ (Habitualmente } \alpha \text{ es de un 5\%)}$$

B. Comparación con un método de referencia

Cuando no se dispone de materiales de referencia apropiados (MRC), una posible alternativa consiste en la comparación de los resultados del método que estamos evaluando con los obtenidos mediante un método validado que pueda considerarse como un método de referencia. Esta estrategia se basa en la aplicación de ambos métodos a los materiales que habitualmente analiza el laboratorio y la comparación de los resultados obtenidos mediante la aplicación del test de Student de medias emparejadas o mediante el análisis de regresión (test de ordenada y pendiente). Para evitar que algún efecto sistemático pueda afectar de forma parecida a los resultados obtenidos por ambos métodos, de ser posible, los métodos aplicados serán independientes y para ello se basarán en técnicas fisicoquímicamente diferentes (por ejemplo, comparación de una gravimetría contra un método de espectrometría atómica).

En caso de que el método alternativo no se aplique habitualmente en el laboratorio, se puede disponer de dos alternativas, primero, prever la disponibilidad de los equipos y los reactivos necesarios, así como el entrenamiento pertinente de las personas que lo apliquen y segundo subcontratar un laboratorio con competencia demostrada (acreditado) que realice el método de referencia, con el cual sea posible coordinar las condiciones de la experiencia.

Si se utiliza estadístico de Student para medias emparejadas:

Hipótesis nula: La diferencia promedio entre los métodos es cero: ($\mu_D = 0$)

Siendo:

$$\text{Estadístico: } |t| = \frac{\bar{D}}{sD} \cdot \sqrt{n}$$

\bar{D} = promedio de las diferencias de las medidas por los dos métodos

sD = desviación estándar de las diferencias

n = cantidad de muestras evaluadas por ambos métodos

Se acepta la hipótesis nula en el caso que:

$$|t| < t(\alpha; n-1) \text{ (Habitualmente } \alpha \text{ es de un 5\%)}$$

En el caso de utilizar un análisis de regresión para comparar el método a validar contra el método de referencia se puede realizar una curva de regresión graficando los valores obtenidos por el método a validar en función de los valores obtenidos por el método de referencia:

$$y = b_1x + b_0$$

Entonces si no hay diferencia entre los métodos se debe cumplir:

- La ordenada en el origen debe ser igual a cero: $b_0 = 0$
- La pendiente debe ser igual a 1: $b_1 = 1$

Para ello se aplica:

TEST 1:

Ho: la ordenada en el origen es igual a 0
H1 no Ho

$$\text{Estadístico: } t = \frac{b_0}{sb_0}$$

Con:

$$s^2(y/x) = \frac{\sum(y \text{ medido} - y \text{ estimado})^2}{(n-2)}$$

$$sb_0 = s(y/x) \cdot \left(\frac{\sum x_i^2}{n \sum (x_i - \bar{x})^2} \right)^{1/2}$$

Se acepta la hipótesis si: $t < t_{(1-\alpha/2)(n-2)}$

TEST 2:

Ho: la pendiente es igual a 1
H1 no Ho

Con:

$$\text{Estadístico: } t = \frac{b_1 - 1}{sb_1}$$

Se acepta la hipótesis si: $t < t_{(1-\alpha/2)(n-2)}$

$$sb_1 = \frac{s(y/x)}{(\sum (x_i - \bar{x})^2)^{1/2}}$$

C. Análisis de muestras adicionadas (spike o adición)

Cuando las estrategias anteriores no son aplicables, una posibilidad es recurrir al análisis de muestras a las que se han adicionado cantidades conocidas de analito. Si se dispone de muestras exentas de analito (alcanza con que la concentración del mismo sea menor al límite de detección) se deberá simplemente evaluar el grado de recuperación del analito agregado. De no ser así, se deberá determinar el analito inicialmente presente y restar el contenido de la muestra con y sin adición. Esto supone realizar dos determinaciones sobre cada muestra con el consiguiente aumento de la incertidumbre. Para poder evaluar la veracidad en todo el intervalo de trabajo es recomendable hacer la adición de distintas cantidades de analito y evaluar el porcentaje de recuperación de las mismas. Cabe destacar que la adición del analito se debe realizar el inicio del método análisis, incluyendo el tratamiento de muestra en el caso de aplicar.

Otro concepto importante a tener en cuenta es el de precisión.

Precisión:

Se define como el grado de concordancia entre los resultados de ensayos independientes obtenidos en condiciones bien definidas, por lo que la precisión evalúa la dispersión de los resultados de medidas replicadas sobre una misma muestra.

La precisión depende exclusivamente de los errores aleatorios del proceso desde la preparación de la muestra hasta la medida de la misma y es independiente de los errores sistemáticos.

El parámetro estadístico que se usa normalmente para expresar la precisión es la desviación estándar (s), o la desviación estándar relativa (RSD).

Dado que el número de factores que pueden afectar la precisión de los resultados es alto, al evaluar la precisión de un método es conveniente distinguir entre condiciones de mínima variación de los factores de influencia y condiciones de máxima variación de los mismos. Es lo que normalmente se conoce como condiciones de repetibilidad y reproducibilidad respectivamente.

Se entiende por condiciones de repetibilidad aquellas en que las medidas se llevan a cabo aplicando en mismo método, a un mismo material, en el mismo equipo con los mismos reactivos, por el mismo operador y en un intervalo corto de tiempo (una sesión de trabajo). En cambio se habla de condiciones de reproducibilidad si las medidas se obtienen con el mismo método, sobre las mismas muestras, pero en laboratorios distintos, lo que supone reactivos, equipo, operador y condiciones ambientales distintas. Por lo que la evaluación de la precisión de un método en condiciones de reproducibilidad supone la organización de un ejercicio de intercomparación de tipo colaborativo. Por esta razón se han aceptado en la norma ISO 5725:3 medidas intermedias que suponen la realización de mediciones en el mismo laboratorio variando algunos parámetros, como por ejemplo equipos, días, operadores etc. Desde el punto de vista de la validación lo importante es la necesidad de evaluar la precisión a distintos niveles dentro del intervalo de concentración al que el método se aplicará.

Por lo tanto para la evaluación de repetibilidad se realizan al menos 10 medidas de forma independiente según condiciones de repetibilidad, se calcula la desviación estándar relativa según:

$$RSD\% = \frac{s}{\bar{x}} \times 100$$

Siendo:

n = cantidad de réplicas independientes

\bar{x} = promedio de las medidas

Se puede evaluar la precisión de repetibilidad y de precisión intermedia variando alguna condición de medida mediante un Análisis de Varianza de un factor (ANOVA).

Se considera la siguiente matriz de ingreso:

					Media
Grupo 1	X11	X12	X1j	X1n	\bar{x}_1
Grupo 2	X21	X22	X2j	X2n	\bar{x}_2
Grupo i	Xi1	Xi2	Xij	Xin	\bar{x}_i
Grupo h	Xh1	Xh2	Xhj	Xhn	\bar{x}_h

Medida global \bar{x}

Se refiere a grupos a las condiciones de precisión intermedia, por ejemplo, día, operario, equipo, etc.

El análisis ANOVA lo pueden realizar utilizando Excel®, softwares estadísticos u otros.

Del análisis del mismo surgen los valores de cuadrado medio (CM):

- CMd: Cuadrado medio dentro de grupos (contempla variabilidad dentro de cada grupo) (por ejemplo si se está evaluando el factor analista en la precisión, se contempla la variabilidad de cada analista)
- CMe: Cuadrado medio entre grupo (contempla variabilidad entre los grupos) (en este caso contempla la variabilidad entre los analistas)

Entonces se obtiene:

Desviación estándar de repetibilidad:

$$sr = \sqrt{CMd}$$

Desviación estándar entre grupos:

$$se = \sqrt{\frac{CMe - CMd}{n}}$$

Desviación estándar de precisión intermedia:

$$si = \sqrt{sr + se}$$

Para poder aplicar ANOVA se debe considerar:

- Que los valores de cada grupo pertenezcan a una distribución normal.
- Que las varianzas sean homogéneas entre los diferentes grupos (se puede realizar un estudio de homogeneidad de varianzas, a través del test de Bartlett, Levene, Cochran, u otro que sea aplicable con el objetivo planteado).

En el caso de realizar duplicados de muestras o controles de calidad también se puede estimar una desviación estándar de repetibilidad según:

$$sr = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (xi1 - xi2)^2}{2n}}$$

Donde xi1 y xi2 son los duplicados de la muestra i y n es el número de muestras.

Para poder aplicar este método por lo menos se debe contar **con el duplicado de 25 muestras**. Hay que considerar también que las dispersiones **sean homo-**

cedásticas en el rango de concentración en estudio, esto quiere decir que la dispersión entre duplicados no aumente con el nivel de concentración, en el caso que esto ocurra se puede dividir el estudio en diferentes rangos de concentración.

Según la norma ISO 5725:2 con la estimación de la desviación de la repetibilidad mediante el uso de duplicados, también se puede establecer el límite de repetibilidad:

$$r=2.8 \cdot sr$$

De tal manera que el límite de repetibilidad es la máxima diferencia que puede existir entre duplicado de muestras obtenidas bajo condiciones de repetibilidad con un 95% de confianza. Este parámetro puede ser utilizado como control de calidad diario.

Límite de detección

En situaciones muy comunes hay que analizar componentes de las muestras a niveles bajos de concentración. En estas situaciones es frecuente tener que discriminar entre muestras en las que se detecta la presencia del analito y muestras en las que no se detecta. Además, una vez detectado será preciso fijar un límite a partir del cual se puede llevar a cabo una estimación cuantitativa fiable de su concentración.

Capacidades de detección

Lo que determina la capacidad de un método para discriminar entre muestras que contienen analito y muestras que no lo contienen, es por una parte la magnitud del ruido superpuesto a la respuesta y por la otra la sensibilidad del método. Cuanto menor sea el ruido y mayor la sensibilidad del método, mayor será su capacidad para discriminar entre el blanco y las muestras o los patrones de baja concentración.

Clasificación de errores, tipo α y tipo β .

Cuando un laboratorio dictamina la presencia o la ausencia de analito en una muestra debe evitar dos tipos de errores:

- Los falsos positivos, llamados también de tipo α de tipo I y
- Los falsos negativos, llamados de tipo β de tipo II

A continuación se presenta un esquema con la intención de aclarar los conceptos:

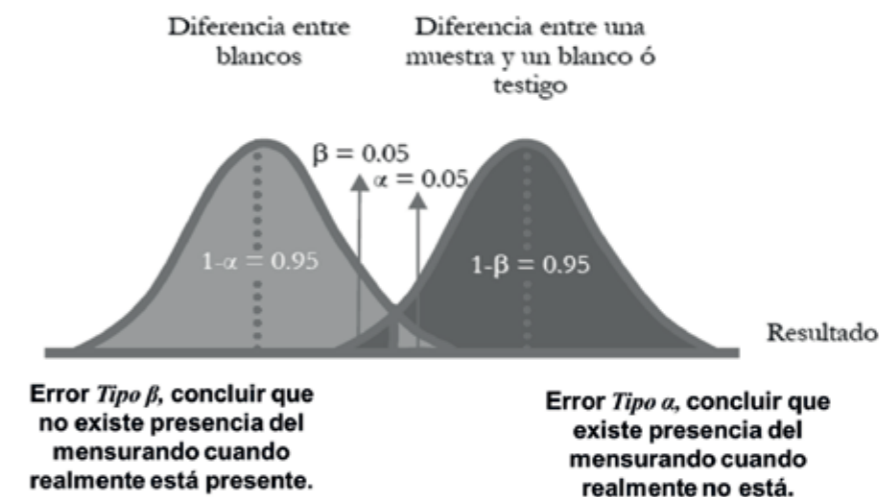


Fig. 6: Clasificación de errores tipo α y tipo β

Nivel Crítico

Se debe distinguir entre un nivel o valor crítico y el límite de detección propiamente dicho. Esta distinción surge de la necesidad de diferenciar entre la mínima concentración estimada significativa y la mínima concentración verdadera detectable. El nivel crítico se aplica a la toma de decisiones a partir de unos resultados experimentales concretos, mientras que el límite de detección es el parámetro que indica la capacidad de detección del método de medida.

Teniendo en cuenta las dificultades inherentes a la estimación del límite de detección, y a la cantidad de opciones para calcularlo, **a continuación se presenta una forma de estimarlo según la guía Eurochem "La Adecuación al Uso de los Métodos Analíticos".**

En esta versión de la guía Eurochem no solamente se considera la cantidad de repeticiones de análisis necesarios para la estimación del límite de detección, sino que además considera las condiciones normales de medida.

Entonces durante la evaluación del límite de detección se realizan m réplicas del blanco, generalmente al menos 10.

Ahora se debe considerar dos tipos de blancos existentes:

Una posibilidad es el blanco de los reactivos, que contiene todos los reactivos y disolventes usados en la preparación de la muestra para el análisis. Este blanco debe pasar por todas las etapas del proceso analítico, desde la preparación de la muestra, pasando por el tratamiento de la misma hasta la medida final.

Las medidas realizadas con este tipo de disoluciones estarán libres de las variaciones inherentes debidas a la complejidad de la matriz. **Por consiguiente, su varianza será inferior y conducirá a una estimación optimista del límite de detección de la etapa de medida.**

Sin embargo, siempre que sea posible el blanco debe reflejar también la contribución de la matriz de las muestras a la fluctuación de la señal de fondo. Por lo que se debería utilizar un blanco de muestra

Cuando no sea posible disponer de muestras blanco se medirá la desviación estándar de muestras con una concentración lo más próxima posible al límite de detección. Lo cual, teniendo en cuenta la definición de límite de detección, sería incluso más riguroso. La influencia de la matriz, junto con los de los reactivos y la totalidad del proceso analítico, conducirán a una estimación más realista del límite de detección.

Luego de realizadas las m réplicas genuinas se estima la desviación estándar de estas medidas s_0 .

Una vez calculado el s_0 , es necesario considerar las condiciones normales de medidas de las muestras para estimar una nueva desviación estándar considerando estas condiciones de medidas s'_0 :

$$s'_0 = s_0 \cdot \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{nb}}$$

Siendo:
 s_0 : desviación estándar estimada de m réplicas del blanco o una muestra con concentración próxima a cero

n: número de réplicas de las muestras analizadas rutinariamente

nb: es el número de réplicas de blancos que se analizan rutinariamente y se utilizan en una corrección

Por último, el Límite de Detección (LOD) se puede estimar como:

$$LOD = 3 \times S'0$$

Si se utiliza un valor de 3.29 en vez de 3, refleja que $\alpha = 5\%$ y además que $\beta = 5\%$

Cabe destacar que existen otras maneras de estimar el LOD, entre ellas si el instrumento permite medir la señal del ruido, se estima el LOD como 2.5 a 5 veces la desviación estándar del ruido.

Para finalizar este tema, es preciso remarcar dos aspectos importantes:

a. cualquiera que sea el criterio estadístico adoptado para la estimación del límite de detección, dado que dicha estimación es compleja y puede verse afectada por diversas fuentes de error, es necesario verificar experimentalmente que el valor obtenido es significativo mediante el análisis de muestras de concentración de valor igual o ligeramente superior al límite propuesto.

b. Con el objeto de poder comparar los límites de detección de distintas técnicas o métodos, es imprescindible que cualquier valor propuesto de este parámetro vaya acompañado de la información pertinente respecto a su base conceptual y al procedimiento seguido en su estimación.

Límite de cuantificación:

Es la menor cantidad que puede ser determinada cuantitativamente con una incertidumbre asociada, para un nivel de confianza dado.

Una manera de estimar el límite de cuantificación (LOQ) es como lo indica la guía Eurochem "La Adecuación al Uso de los Métodos Analíticos" de la misma forma que para el límite de detección, pero en este caso:

$$LOQ = k \times S'0$$

El valor k más utilizado es el 10 según la IUPAC, pero los valores de 5 y 6 también se utilizan comúnmente basados en criterios de adecuación al uso, que se deben corroborar, ya que utilizando un factor k de 10 se puede sobreestimar el LOQ.

Otra manera de evaluar de forma práctica el LOQ es analizar muestras de baja concentración próximas a lo que se estima a priori el LOQ y se toma como válido el LOQ del nivel de concentración de la muestra que obtuvo una veracidad y precisión adecuado al uso del método.

Intervalo de trabajo

Existen el **intervalo dinámico** y el **intervalo de linealidad**.

Por **intervalo dinámico** de un método se entiende el intervalo de concentraciones en el cual el método presenta una sensibilidad apropiada a la utilización que del mismo se quiere hacer. Por otra parte, cuando se utilice una curva de calibración en el método de ensayo, **se entiende por intervalo de linealidad el intervalo de concentraciones en el que el método presenta una sensibilidad constante.**

Son numerosas las técnicas que en un intervalo de concentraciones suficientemente amplio proporcionan una señal que se relaciona con la concentración a través de una función lineal de primer orden. Sin embargo, la utilización de funciones de calibración polinómicas de orden superior a uno o de otro tipo, no suelen presentar complicaciones adicionales importantes.

Generalmente, se considera que tanto el intervalo dinámico como el de linealidad se inician en la zona de concentraciones bajas, en el límite de detección o en el de cuantificación. Teniendo en cuenta que la función de calibración tiene por objeto hacer estimaciones cuantitativas de la concentración de analito, la opción del límite de cuantificación parece más apropiada. **El extremo superior del intervalo dinámico depende de lo que en cada caso se considere una sensibilidad útil.**

Existen distintos métodos para evaluar la linealidad de una función de calibración.

Coefficiente r:

El valor del coeficiente de correlación que se usa como criterio de linealidad algunas veces no es apropiado para ello, ya que funciones cuyo mejor ajuste no es al modelo lineal, pueden conducir a valores de r cercanos a 1, **por ello es importante realizar una inspección visual de la curva de calibrado y complementarlo con un gráfico de residuos de tal manera de observar que los residuos se distribuyen de manera aleatoria.**

Residuo: apartamiento de cada valor de y medido respecto al modelos que se esté evaluando.

$$e = y \text{ medido} - y \text{ estimado}$$

Gráfico de residuales:

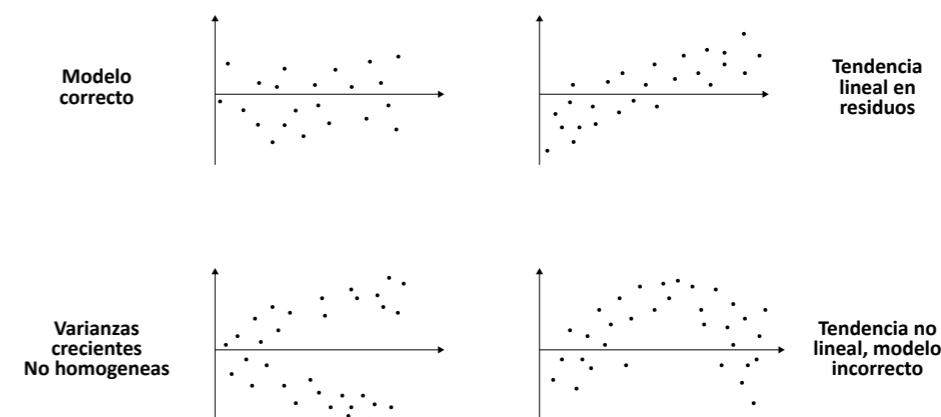


Fig. 7: Gráfico de Residuales

Test estadístico: Cuando se dispone de medidas replicadas de los patrones, el análisis de la varianza, en el que se compara la varianza debida a los errores aleatorios, con la debida a la imperfección del ajuste de los datos experimentales al modelo propuesto, es una herramienta muy útil. Esto se conoce como test de falta de ajuste o test de LOF (con sus siglas en inglés).

Criterio de sumatoria de residuales: En algunos casos cuando se evalúa más de una función de ajuste de la curva de calibrado se puede utilizar el criterio de que el modelo que presente una menor sumatoria de residuales al cuadrado es el modelo que mejor ajusta. Hay que considerar que esta es una herramienta complementaria y que ayuda a discernir entre dos modelos de ajuste, cuando la diferencia de los residuales al cuadrado es superior a un orden de magnitud.

$$\text{sumatoria de residuales: } e^2 = (y \text{ medido} - y \text{ estimado})^2$$

Sensibilidad

Se define la sensibilidad de un método como su capacidad de diferenciar dos concentraciones de analito muy parecidas. Dicho en otras palabras, es el cambio de respuesta de un instrumento de medición dividido el correspondiente cambio de estímulo.

Algunas veces se asocia la sensibilidad de un método a su capacidad de medir concentraciones muy bajas y se recurre al límite de detección como una estimación de la misma. Sin embargo el concepto de sensibilidad no queda restringido a la región de las bajas concentraciones. El concepto de sensibilidad, tal como se acaba de definir, es aplicable a cualquier técnica analítica, ya sea clásica o instrumental y a cualquier nivel de concentración.

El concepto de sensibilidad se aplica sobre todo a las técnicas instrumentales, que en su mayoría requieren una función de calibración para transformar la señal en concentración. En estos casos, la sensibilidad a cada concentración se mide a través de la pendiente de la función de calibración en aquel punto (para curvas lineales). Es conveniente acompañar cualquier estimación de la sensibilidad con una indicación de la incertidumbre que lleva asociada, por ejemplo, el intervalo de confianza para un determinado nivel de confianza. Por otra parte, es preciso tener en cuenta que la sensibilidad de muchas técnicas analíticas depende en gran medida de algunos parámetros operativos de los instrumentos a usar.

Robustez

La robustez es la calidad de un método analítico que mide su capacidad de resistir pequeños cambios en las condiciones operativas sin que su funcionamiento se vea alterado. Deben considerarse como pequeños cambios en las condiciones operativas, aquellos que pueden derivarse de las transferencias de los métodos entre laboratorios, operadores, equipos, etc. Para evaluar la robustez de un método, se trata de identificar las variables que tienen un efecto más crítico sobre su veracidad, precisión, selectividad, etc.

El estudio de Robustez, en un principio, no aplicaría si se utiliza un método normalizado, pero puede ser de utilidad si se quiere evaluar la influencia, por ejemplo, de los operarios, equipos y otras condiciones inherentes al laboratorio donde se esté ejecutando el método de análisis:

Al planificar el estudio de la robustez de un método hay que tener en cuenta los aspectos siguientes:

- a. elegir los factores cuya influencia se desea evaluar (ejemplos: pH, temperatura, concentración de algunos reactivos, orden de adición de reactivos, etc.).
- b. elegir los valores de dichos factores, generalmente se estudian dos valores situados alrededor del valor indicado (valor nominal).
- c. elegir la respuesta cuya variación se quiere controlar, (ejemplo: la exactitud del resultado, la precisión, etc.).
- d. planificar y llevar a cabo los análisis.
- e. evaluar los efectos de los distintos factores.

Hay diferentes formas de evaluar los efectos de los diferentes factores, se puede utilizar un Análisis de Varianza de dos factores cuando se evalúan dos factores, realizar un diseño factorial 2k, prueba de Youden y Steiner que permite evaluar hasta 7 factores con 8 experimentos, esta última prueba, se utiliza como una prueba preliminar para ver cuáles son los factores que tienen mayor influencia en el método, ya que sólo considera el efecto ocasionado factor por factor, pero no analiza la combinación de los efectos de los diferentes factores.

2.2.5 Validación de métodos microbiológicos.

Respecto a los métodos microbiológicos, la CEA-ENAC-20 proporciona directrices específicas para la acreditación de laboratorios que realizan ensayos microbiológicos. Este documento desarrolla aspectos relacionados con la validación de los métodos, a fin de facilitar a los laboratorios la implantación de este aspecto y su evaluación. Otra norma de aplicación para validación de estas metodologías es la ISO 13843:2017.

Al igual que en otros tipos de metodologías, la validación está íntimamente relacionada con los aspectos de aseguramiento de la calidad de resultados de ensayo y el cálculo o estimación de la incertidumbre. Este último no es aplicable en metodologías cualitativas (en las que la respuesta se expresa en términos de presencia/ausencia), ni para NMP (número más probable), sí es de aplicación para metodologías cuantitativas (conteo de unidades formadoras de colonias) para las cuales se puede utilizar el documento EA-4/02 M: 2021o ISO 19036:2019 para expresión de la incertidumbre.

El aseguramiento de calidad de resultados de ensayo debe contar con un adecuado control interno y externo. Todas las actividades de aseguramiento de la calidad deben planificarse de forma que en el tiempo y en función del alcance del **método se incluya una adecuada representación de la variedad de matrices con las que trabaja el laboratorio.**

Dentro del control interno se destaca:

- Control de las condiciones de trabajo: proporciona información sobre la esterilidad de los medios, materiales auxiliares utilizados y sobre la buena práctica en la realización de los ensayos en general. Ejemplos de estos controles son: siembra por duplicado de placas, verificación del factor de dilución, interlaboratorios, muestras blanco, control de medios de cultivo, controles ambientales, calificación del personal, etc. Deben existir criterios para la desviación permitida.

Dentro del control externo se destaca:

- La participación en intercomparaciones que permite una evaluación del sesgo, de forma que el laboratorio pueda demostrar que se mantiene dentro de los criterios de aceptación definidos por normas y reglamentos, por el cliente o por el laboratorio.

La periodicidad de las actividades de control de aseguramiento de calidad, debe establecerse considerando diversos factores como pueden ser:

- La robustez del método.
- Modificaciones en materiales, equipos y calificación del personal entre otros parámetros de validación.
- Los resultados históricos de control de aseguramiento de calidad.

El tipo de validación a implementar depende de las características de funcionamiento de las metodologías implicadas, la Guía G-ENAC-04, establece la siguiente clasificación con respecto a los métodos de ensayo:

- **En el caso de que se utilicen métodos normalizados o métodos de organismos nacionales o internacionales reconocidos, o basados en ellos, o métodos oficiales es posible que no se requiera validación.** Cuando se utilicen estos métodos los laboratorios deberán antes de analizar ninguna muestra, verificar su capacidad para cumplir de forma satisfactoria, todos los requisitos establecidos en dichos métodos. En estos casos, es necesario la utilización de forma rutinaria, de un sistema de control de aseguramiento de calidad analítica. Esto nos garantiza que las metodologías son utilizadas de forma adecuada.
- **Los sistemas de ensayo que se venden en el mercado (kits) pueden no requerir una nueva validación,** si se dispone de datos sobre validación procedentes de fuentes alternativas confiables si cumplen con los requisitos de 17025 de forma demostrable. El laboratorio debe solicitar a los fabricantes datos sobre validación y evidencias de que cumplen un sistema

reconocido de aseguramiento de la calidad, que cumple con 17025 acreditado por un Organismo de acreditación signatario de los acuerdos de reconocimiento internacional. Cuando no se disponga de datos completos sobre la validación, el laboratorio debería completar la validación del método antes de utilizarlo con carácter rutinario. La norma ISO 16140 establece protocolos para la validación de este tipo de metodologías.

- Los métodos internos desarrollados por el propio laboratorio deben validarse para garantizar la fiabilidad de los resultados obtenidos y, conocer la dispersión de los mismos.

Los métodos de ensayos microbiológicos cualitativos, deben validarse estimando, los siguientes ítems:

- Especificidad: grado en que un método se ve afectado por los otros componentes en una muestra con múltiples componentes.
- Desviación positiva: ocurre cuando el método alternativo da un resultado positivo sin confirmación y el método de referencia da un resultado negativo. **Esta desviación se convierte en un resultado positivo falso cuando puede demostrarse que el resultado verdadero es negativo.**
- Desviación negativa: ocurre cuando el método alternativo da un resultado negativo sin confirmación y el método de referencia da un resultado positivo. **Esta desviación se convierte en un resultado negativo falso cuando puede demostrarse que el resultado verdadero es positivo.**

- Límite de detección: número mínimo de organismos que pueden ser detectados, pero en cantidades que no pueden ser estimadas con precisión.

En el caso de ensayos microbiológicos cuantitativos, debe considerarse, además:

- Sensibilidad: capacidad del método para detectar ligeras variaciones en el número de microorganismos dentro de una determinada matriz.
- Precisión relativa: grado de concordancia entre los resultados del método evaluado y los obtenidos utilizando un método de referencia. En este sentido, la Norma ISO 17994, establece los criterios para establecer equivalencias entre métodos microbiológicos, que detecten o cuantifiquen el mismo grupo o especie de microorganismos. Esta norma permite la comparación de métodos cuantitativos entre sí, o métodos cualitativos entre sí (presencia/ausencia); **no es posible comparar un método cuantitativo con otro cualitativo.**

- Repetibilidad: grado de concordancia entre los resultados de sucesivas mediciones del mismo mensurando, realizadas en las mismas condiciones de medición.

- Reproducibilidad: grado de concordancia entre los resultados de mediciones del mismo mensurando, realizadas en diferentes condiciones de medición.

- Límite de cuantificación: número mínimo de organismos dentro de una variabilidad definida que pueden determinarse bajo las condiciones experimentales del método evaluado.

Algunas consideraciones de los métodos microbiológicos:

- En general el rango óptimo de presencia de microorganismos en una muestra, para la validación de métodos microbiológicos es intermedio (**no son adecuadas concentraciones altas ni bajas**); 20-30 unidades formadoras de colonias han sido tradicionalmente considerados como los mínimos conteos estadísticamente confiables para la validación de metodologías.
- Cabe mencionar que cuando se debe elegir entre dos métodos, se debe priorizar aquellos en los cuales, si bien la recuperación de organismos blancos es menor, no se requiere confirmación posterior obligatoria. Este tipo de métodos es preferible a aquellos con mejores tasas de recuperación, pero que necesitan una confirmación posterior de rutina.

Algunas limitaciones de los métodos microbiológicos:

- No es posible conocer con exactitud la concentración verdadera del analito en la muestra (número exacto de microorganismos). Por lo tanto, no es posible trabajar de forma rutinaria con soluciones "controles" para determinar el porcentaje de recuperación del método.
- **Existe una variación natural inherente a la propia muestra, dada por la distribución desigual de los microorganismos, no hay una mezcla homogénea y perfecta de los microorganismos en la misma.** Esta variabilidad natural no se puede asignar al desempeño técnico o el equipamiento utilizado.
- Los métodos microbiológicos no son robustos, ya que los analitos, así como las impurezas, son organismos vivos. Los resultados pueden verse afectados por numerosos factores como el efecto matriz, condiciones de estrés durante la incubación y almacenamiento de la muestra, calidad y origen de los ingredientes del sustrato, composición natural de la flora microbiana de la muestra y entrenamiento en la toma de muestra, entre otros.

Es importante mantener los controles de aseguramiento de calidad establecidos en los métodos de referencia y que las adaptaciones realizadas (en caso de requerirse), no sean a este punto.

Par el caso de ensayos de toxicidad los criterios de validación son similares a los de ensayos microbiológicos. En el Anexo IV se adjunta un ejemplo de una validación de un bioensayo.

2.2.6 Informe de validación

El informe de validación es el elemento de salida del proceso de validación.

El mismo debe contemplar:

- Las especificaciones establecidas de cumplimiento de los parámetros de desempeño del método que se validó (verificó).
- Los resultados obtenidos de los parámetros de desempeño.
- Comparación de las especificaciones establecidas frente a los resultados obtenidos.

Una vez realizada la comparación y si se cumple con las especificaciones establecidas, se puede concluir que el método es adecuado al uso.

Otros elementos de salida del proceso de validación son:

- El procedimiento de análisis debe considerar los cambios que se pudieron producir, evaluando los resultados de la validación.
- Qué herramientas de control de aseguramiento de resultados, se podrán usar en el control diario del método.
- Necesidades de revalidación, esto indica con qué frecuencia se debería realizar una revalidación, así también cuales podrías ser los parámetros de desempeño críticos a evaluar.

3. Muestreo (Apartado 7.3)

Es importante separar el proceso de muestreo de la realización de los ensayos y generar un informe de resultado.

Para los laboratorios que deseen acreditarse por muestreo en conjunto con la realización del ensayo, hay varias guías y normas de cómo hacer los distintos tipos de muestreos dependiendo del tipo de análisis involucrado, ya sea por analito por matriz y de las entidades fiscalizadoras involucradas.

Pero lo que hay que resaltar es que:

No incluir muestreo dentro de un alcance de un ensayo, no implica desentenderse de cómo la muestra es tomada y transportada al laboratorio.

La muestra que ingresa a un laboratorio ambiental debe ser apta para su análisis. Ahí es donde el laboratorio tiene que definir las condiciones a cumplir para que las muestras suministradas sean aptas para el análisis solicitado. Por ello, en la cotización/contrato, se definen los requisitos para que el cliente y pueda consultar las dudas que tenga. Por ejemplo: dónde se toma la muestra, qué otros parámetros in situ deben ser necesarios, en qué envase se recoge, qué volumen se recoge incluyendo la necesidad de contramuestra, preservación (qué aditivo se agrega para estabilizar la muestra o si se debe preservar en frío), cómo es la cadena de custodia.

Es decir, se debe explicitar lo máximo posible, para que la muestra que llegue sea correcta para el análisis solicitado. Esto también puede incluir para la recepción de muestra, algunos parámetros que nos permitan ver su integridad. Cuando las muestras tienen condiciones estables, esos parámetros pueden indicarnos si estamos dentro de su rango de variabilidad. Por ejemplo, pH, densidad, material en suspensión, conductividad, color, cloro libre, exceso de tiosulfato, temperatura de arribo de la muestra, etc. También debemos tener claro que, si la muestra no cumple con algún requisito, es seguro que algunos de los parámetros normales no se van a cumplir y por lo tanto esa muestra no es apta para el análisis solicitado. Todo laboratorio que no esté involucrado en el muestreo debe asegurarse de la pertinencia de la muestra recibida, de acuerdo con las condiciones establecidas. Y si no cumple, deberá informar al cliente y definir si igual desea analizarla. Todo esto debe ser parte de la revisión de la oferta y del informe correspondiente.

Siempre se debe tener presente el objeto del ensayo y aplicar el muestreo que mejor se adapte a la respuesta que se necesite dar. Por ejemplo, si se desea saber si la intoxicación de una persona por plomo proviene del agua distribuida que consume, la toma de agua no debe ser con purga. Porque nadie abre la canilla y deja correr agua un par de minutos para después colocar la olla o la caldera del agua que va a utilizar para hacer una sopa o tomar mate.

Si fuese agua de una laguna de pronto, en función del herbicida utilizado, el indicador más adecuado puede ser su producto de degradación. O si se busca en el cultivo buscar un metabolito del mismo.

Para dar una respuesta correcta a la pregunta inicial es importante definir bien el mesurando (principio activo, producto de degradación, metabolito, etc.), la matriz y la forma de muestreo de la misma.

Cuando la muestra que hay, es lo que se tomó durante un incidente y es la única muestra disponible, en dichos casos es fundamental que toda la información de campo que se pueda recabar, que pueda indicar qué ocurrió, cómo y dónde se muestreó, será crucial para la interpretación del resultado y deberá ser parte del informe final.

Muchas veces las muestras ambientales son: una fotografía instantánea de lo que está pasando y para ello necesitamos asegurarnos que nada cambie en la muestra, ni en el mesurando ni en la matriz, que hagan que después el resultado no sea correcto para tomar decisiones. Algunas de las opciones para evitar esto es por ejemplo el agregado de inhibidores o conservantes a las muestras, (si existen) por ejemplo en agua potable se agrega tiosulfato de sodio para evitar que el cloro libre en exceso continúe degradando la materia orgánica y generando trihalometanos durante el traslado, o termine de matar las bacterias presentes durante el traslado. Otro aspecto es si se necesita cadena de frío de la muestra. Si esto es así todos los requisitos de registro, calibración y seguimiento deben ser cumplidos de acuerdo a la norma.

Si se sabe que se puede necesitar más muestra o contramuestra, ésta debe ser tomada en el mismo acto, en forma secuencial o haciendo una toma doble y se fracciona en dos envases luego de una correcta homogenización.

Por otra parte además de los puntos 7.3.3 de la norma, en temas ambientales también es necesario indicar qué medidas in situ se tomaron durante el muestreo, para evidenciar propiedades de la muestra en el momento del muestreo, que deberán preservarse durante el traslado y que deberán ser cotejadas en la recepción de las mismas.

Por último, actualmente existen muchos medios accesibles para lograr definir exactamente el lugar de muestreo, sobre todo en muestreos de campo, la georreferenciación es una de ellas, pero se deberá definir el margen de error utilizado, dependiendo de la tecnología utilizada y de la cantidad de satélites utilizados, se puede tener márgenes de error del orden de centímetros o metros. Esto es importante cuando se hacen estudios temporales en campo para ir siempre al mismo lugar.

Otra herramienta es la posibilidad de sacar fotos de los lugares de muestreo, lo cual permite mostrar por ejemplo, el estado de la flora afectada por una aplicación no deseada de herbicidas/pesticidas, su aspecto, su color, su forma.

Siempre se debe tener en cuenta **que por más eficiente y confiable que sea un laboratorio de ensayo, si la muestra fue mal tomada el resultado final no será representativo de la realidad.**

4. Manipulación de los ítems de ensayo o calibración

(Apartado 7.4)

La manipulación de los ítems de ensayo abarca todo lo que involucre a la muestra, desde el ingreso al laboratorio, los procesos de pre análisis que deban ser realizados para asegurar que la misma es apta para ser analizada, su identificación inequívoca, incluyendo las submuestras que se generen para las distintas rutinas analíticas de una única muestra, su conservación, su cadena de custodia, su validez, el plazo de conservación posterior a la emisión del informe de resultados y su eliminación apropiada. Todas estas etapas deberán estar documentadas y registradas para darle una completa trazabilidad al proceso.

Además de realizar el proceso analítico, deben documentarse, registrarse y conservarse los registros involucrados en todas las etapas.

El primer paso es la recepción de muestra y para ello se debe tener en cuenta lo ya dicho en la sección previa sobre muestreo y si corresponde, documentar las propiedades de la muestra que se recibe, por ejemplo temperatura. Si bien a priori parece fácil, deben realizarse y responderse cuestiones tales como: ¿qué temperatura tomar y registrar?, ¿la de la conservadora en que vino u otra?, ¿la temperatura mínima?, ¿la temperatura máxima?, ¿la del envase exterior, por ejemplo de vidrio? O ¿la de a propia matriz? Ya solo responder estas preguntas implica decisiones que hay que pre-

definir con criterios válidos y documentados. Cada opción tiene sus pros y sus contras y el laboratorio tendrá que evaluar los riesgos que estos impliquen y minimizarlos o eliminarlos en el caso que fuera posible.

Cada alícuota de la muestra que es tomada ya sea para hacer una rutina analítica distinta o repetición de alguna, se debe codificar y registrar el volumen retirado, por quien, para que, fecha, hora. Esto implica en la recepción haber indicado volumen recibido (estimado o medido).

Cuando las muestras se usarán para emitir resultados que tienen implicancias legales es común hacer una recepción más estricta y que la manipulación de la muestra recibida, se haga por pocas personas y estas fraccionan las alícuotas que después los distintos analistas usarán en sus rutinas analíticas. De esta manera se asegura la custodia de la muestra inicial y si corresponde de sus contramuestras.

La manipulación de las muestras no sólo debe considerar la involucrada en el proceso analítico. **Un laboratorio acreditado debe darle trazabilidad documental a todo el proceso y para eso se deberá documentar** (procedimientos, instructivos, checklist, otros documentos identificados como necesarios) **todo lo que se debe hacer y a su vez, ir generando todos los registros correspondientes.** No sólo de los reactivos utilizados sino sus lotes (con trazabilidad metrológica (MRC) a los reactivos iniciales, pureza real declarada, código, lote, frasco), cuanto se agregó, que se utilizó para ese agregado indicando que instrumento de medida se utilizó (balanza, pipeta automática, pipeta aforada, cada uno con su número de inventario detallado) y así para cada paso de la técnica analítica. Toda esta información permitirá poder saber con seguridad qué reactivos se utilizaron llegando a qué botella/frasco de reactivo se usó, cual fue el instrumento de medición empleado en cada etapa, su calibración, su adecuabilidad al uso, el personal que participó en cada etapa, hora, día, etc. Todo esto permite hacer un registro de las actividades relacionadas con la muestra hasta llegar al valor final reportado, lo cual asegura la trazabilidad.

Mientras todo esto se lleva cabo, el remanente de la muestra o sus alícuotas deben conservarse adecuadamente por el tiempo pactado más allá de la entrega del resultado final.

Otro punto importante a tener claro es que la muestra es del cliente, sino se pacta lo contrario, por lo cual el laboratorio es el custodio de la misma. Un punto importante cuando se consideran los requisitos de infraestructura edilicia, es contemplar si en función de la carga de muestras y plazos de conservación, si es necesario disponer de cámaras de frío con las temperaturas adecuadas, y lo mismo para los freezers a

distintas temperaturas de acuerdo a requisitos y sus tolerancias.

Una ventaja que las muestras sean del cliente es que cuando se trabaja con muestras que son ambientalmente nocivas o peligrosas, se pacta con éste la devolución del sobrante, una vez vencido el plazo acordado de conservación por el laboratorio. De esta manera, el cliente puede descartarla de forma adecuada, tal como lo hacen con los sobrantes de sus procesos. Por ejemplo para el caso de muestras relacionadas con Doping el plazo es de 5 años congelada a -20°C. A nivel ambiental hay muchos laboratorios de referencia nacionales que congelan muestras a -20°C a los efectos de poder después hacer estudios retro prospectivos de cuando, nuevos contaminantes empezaron a aparecer en el medio ambiente y cómo fue su evolución en el tiempo antes de detectarse un problema.

En conclusión este punto de la norma se relaciona con muchos otros puntos y nos define la forma en que se debe trabajar en el laboratorio y por sobre todo genera una gran cantidad de registros que habrá que elaborar, preservar y cuando corresponda eliminar.

5. Registro técnicos (Apartado 7.5)

En un sistema de gestión existen distintos tipos de documentos y para ello habrá un procedimiento. Generalmente la fase inicial de un registro es un formulario o una lista de chequeo vacía que se va llenando a medida que se va generando la información y se registra. Por ello hay distintas fases de un registro, el documento inicial sin ningún registro (formulario vacío), registro vivo (formulario que se va llenando), registro final (documento completo final, que no se debe modificar).

Estos registros son la evidencia de lo hecho por el laboratorio en todas sus tareas y permitirán realizar una completa trazabilidad documental para evaluar potenciales problemas surgidos durante los distintos procesos, hacer análisis de datos generados en los distintos equipos e instrumentos (sistemas) de medición.

Una decisión importante en la implementación de la norma es si se va a trabajar en papel o en formato digital o mixto.

Existen actualmente muchos paquetes informáticos para implementar un sistema de gestión en forma digital, pero para laboratorios chicos pueden resultar caros. Decidir cuál adquirir es siempre un compromiso difícil ya que normalmente ninguno satisface 100% y luego tiene el costo de adecuación a las necesidades o complementos para adquirir.

Estos paquetes permiten el manejo de los documentos del sistema y sus sistemas de generación, aprobación, y algunos tienen revisión, estableciendo cómo se guardan los documentos y consultan. Pero para manejar registros requieren generar registros digitales. Por lo cual los formularios que se están completando en formato papel sólo son entrados al sistema cuando están completos.

Otros paquetes diseñados para laboratorios son los LIMS, Sistema de Gestión de Información de Laboratorio (Laboratory Information Management System, por sus siglas en inglés) que maneja la información directamente de los instrumentos y los asocia a procesos y a los informes. Estos sistemas completos son caros (superando los U\$S 100.000) y es difícil la generación de las interfaces cuando se tiene instrumentos de varios fabricantes distintos y/o obsoletos. Por lo que para laboratorios con poca cantidad de ensayos a veces es mejor el uso de papel o tablas de los paquetes comunes como Excel.

Los registros pueden ser documentos en papel, en formato digital, formularios completados a mano, imágenes, fotos, planos, representaciones espaciales de objetos, colores, sonidos, lugar de muestreo, como llegó una muestra, y algunas evidencias adicionales. Es claro que todo esto se puede poner en palabras pero muchas veces una imagen es mejor que un texto subjetivo.

Actualmente es muy accesible tener una foto en cualquier lugar / momento y eso se convierte en un registro válido. Por lo cual debemos documentar en nuestro sistema cómo se procede y cuándo (contemplando si es necesario la resolución y la luz para obtener el color correcto). De la misma forma digitalizar información para tenerla en ese soporte (por ejemplo un formulario completo).

Por todo lo anterior es muy factible que se tenga un sistema mixto entre físico y digital y habrá que definir que es en formato físico o digital y cuando se pasa a digital.

Es necesario además establecer: ¿Dónde se guarda el físico? ¿Dónde se guarda el digital? ¿Cómo se genera copia respaldo del digital? ¿Estará en línea en un servidor interno? ¿O en la nube? ¿Qué permisos de acceso se van a dar?

¿Cada cuánto se actualiza? ¿Cómo se minimiza el riesgo de modificaciones/adulteraciones? ¿Qué trazabilidad se va a tener de los mismos? ¿Cuánto tiempo se conservan? ¿Cómo se destruyen?

Cuando se va a empezar a implementar un sistema de gestión vale la pena tomarse tiempo para pensar estas

preguntas y así poder después actuar en consecuencia a las respuestas que se fueron dando a estas definiciones y que se deben tomar desde un inicio.

Migrar de sistemas de gestión cuando el personal se ha acostumbrado a un sistema de trabajo, es siempre un problema en sí mismo y deben tomarse recaudos a la hora de realizar el mismo, ya que puede llegar a generar algunas no conformidades.

6. Evaluación de la incertidumbre de medición

(Apartado 7.6)

Teoría de los errores en química analítica

A) El sistema analítico y el proceso de medida

El proceso químico de medida con sus tres etapas (Muestreo, Preparación de la muestra y Análisis), está condicionado por el sistema analítico, es decir por el conjunto de circunstancias y elementos (factores) que contribuyen a la validez de los resultados analíticos. Estos factores son por ejemplo equipos analíticos y de muestreo, procedimientos de muestreo y análisis, reactivos, materiales de ensayos, la calificación y entrenamiento del personal, el ambiente y las medidas de aseguramiento de la calidad de los resultados. Estas circunstancias condicionan los diferentes tipos de errores que es posible cometer en un ensayo.

B) Condiciones

El número finito de réplicas a partir de las cuales se extraen conclusiones de la población puede realizarse variando uno o más factores entre ellas. Esta variación conduce a distintas condiciones en la cual se realiza la experiencia.

¿Cuáles son los factores que se pueden variar o controlar? Entre los más relevantes dentro del laboratorio están: analistas, tiempo entre réplicas, protocolo o procedimiento de ensayo, reactivos, equipos, calibración, tratamiento de la muestra y medio ambiente. Los factores que permanecen fijos entre las réplicas influirán de la misma forma en la secuencia de réplicas. Aquellos factores que no controlamos son los factores que contribuyen a la aleatoriedad del resultado. Cuantos más factores se varíen entre cada réplica diremos que estamos en un nivel metrológico superior.

En la tabla siguiente se pueden diferenciar tres niveles metrológicos: entre repeticiones, entre corridas y entre laboratorios:

NIVEL	CARACTERISTICA ESTIMADA	FUENTE
Ínter- laboratorio	(Reproducibilidad)	<ul style="list-style-type: none"> • Patrones de calibración • Interpretación del protocolo/ método de ensayo • Analistas • Reactivos • Equipos • Recalibración • Tratamiento de la muestra • Composición • Medioambiente • Factores no controlables
Laboratorio	• Entre corridas (Precisión intermedia)	<ul style="list-style-type: none"> • Reactivos • Recalibración • Tratamiento de la muestra • Composición • Medioambiente • Factores no controlables
	• Entre repeticiones (Repetibilidad)	<ul style="list-style-type: none"> • Factores no controlables

Tabla 2: Niveles metrológicos

Diremos que estamos en condiciones de repetibilidad cuando los resultados se obtienen con el mismo método, el mismo analista, el mismo equipo y en un lapso corto de tiempo. Es la condición de "menor" aleatoriedad.

Diremos que estamos en condiciones de reproducibilidad cuando se utiliza el mismo método pero diferentes analistas, diferentes equipos y en diferentes laboratorios. Es la condición de "máxima" aleatoriedad.

Diremos que estamos en condiciones de precisión intermedia cuando estamos en condiciones intermedias entre repetibilidad y reproducibilidad.

C) Concepto de error

Diferentes tipos de errores

El error se define como la diferencia entre el resultado de un ensayo X y el valor de referencia aceptado (considerado verdadero). Es decir:

$$x = \mu + \varepsilon$$

El error puede ser positivo, negativo o cero y varía de medida en medida, aún en condiciones de repetibilidad. Esto es debido a la existencia de los factores no controlables.

Los errores se clasifican en dos tipos principales: aleatorios y sistemáticos.

El error aleatorio (ε_{aleat}) es el resultado de una medición (X) menos la media que resultaría de un número infinito de mediciones de este mensurando realizadas bajo condiciones de repetibilidad (\bar{X})

$$\varepsilon_{aleat} = X - \bar{X}$$

El error sistemático (δ_{sist}) o sesgo es la media que resultaría de un número infinito de mediciones de este mensurando realizadas bajo condiciones de repetibilidad (\bar{X}) menos un valor considerado verdadero del mensurando (μ)

$$\delta_{sist} = \bar{X} - \mu$$

Teniendo en cuenta estas definiciones resulta claro que

$$x = \mu + \varepsilon_{aleat} + \delta_{sist}$$

A este tipo de expresiones que relacionan el resultado con el valor considerado verdadero y las diferentes clases de errores se les denomina a menudo Modelo de errores. La clasificación del tipo de error depende del

nivel metrológico considerado. Un error que resulta sistemático en un nivel metrológico inferior se transforma en aleatorio en un nivel superior.

Un error que resulta aleatorio en un nivel metrológico superior se transforma en sistemático en un nivel inferior.

Por ejemplo, el error cometido en la calibración analítica en condiciones de repetibilidad (intracorrida) se transforma en aleatorio en condiciones de precisión intermedia (intercorrida).

El error de un laboratorio en condiciones de reproducibilidad (interlaboratorios) es un error aleatorio mientras que en condiciones de repetibilidad o precisión intermedia en un laboratorio resulta un error sistemático.

Significado y utilidad de incertidumbre

A) Concepto

La aplicación del modelo estadístico adoptado supone:

- Errores aleatorios
- Errores independientes
- Distribución normal de estos errores

La suposición de aleatoriedad de los errores fue fundamentada en el apartado anterior.

La independencia de los errores implica que los mismos no está correlacionados es decir condicionados entre sí. Esta suposición se adopta como válida aunque muchas veces no es real.

En relación a la distribución normal, esta hipótesis puede asumirse como válida ya que las mediciones individuales suponen la acumulación de una serie de errores lo cual conduce a valores finales normalmente distribuidos (teorema central del límite).

Una de las formas de estimación de un parámetro es la denominada estimación por intervalo. Dado un valor a estimar desconocido (resultado de una medición), el intervalo de confianza se construye de acuerdo a la expresión:

$$\bar{x} - t_{\frac{1+p}{2}} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < \bar{x} + t_{\frac{1+p}{2}} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Donde:

\bar{x} Valor medio de la medida realizada con n repeticiones (Valor medio de la muestra)

$t_{\frac{1+p}{2}}$ Factor de cobertura con un nivel de confianza p (en general 95%)

s Desviación estándar poblacional de la muestra

n Número de repeticiones

Si aleatorizamos las réplicas de la medida en condiciones de reproducibilidad (y por lo tanto contemplamos la inclusión de todos los posibles errores, incluidos los asociados al muestreo) obtenemos una estimación del intervalo donde probablemente se encuentre el valor a estimar μ .

A esta dispersión que caracteriza al resultado de la medida le denominaremos incertidumbre.

Formalmente la incertidumbre se define como el parámetro asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mensurando.

De acuerdo a lo anterior, la estimación de la incertidumbre estándar se realiza de acuerdo a.

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Se define incertidumbre expandida U con un factor de cobertura k_p como:

$$U = k_p \cdot \mu \quad k_p = t_{\frac{1+p}{2}}$$

El resultado de la medida queda expresado como

$$\bar{x} \pm k_p \cdot \mu \quad \bar{x} \pm U$$

Habitualmente se considera $k_p \cong 2$ para un intervalo de confianza del 95% (considerando un número elevado de grados de libertad v).

Algunos aspectos claves del concepto de incertidumbre son:

- La incertidumbre caracteriza la calidad de la estimación de la medida. Por lo tanto para que el resultado de la medida este completo debe ir siempre acompañado de su incertidumbre
- La incertidumbre debe contemplar todas las posibles fuentes de error en el proceso analítico incluyendo el muestreo.

- La incertidumbre caracteriza al método de medida mientras que el error caracteriza a una medición puntual. Por lo tanto, los resultados obtenidos por un mismo método (en un proceso analítico bajo control estadístico) pueden presentar diferentes errores, pero la misma incertidumbre.
- El intervalo de estimación no implica que por ejemplo para un nivel de confianza de 95%, exista un 95 % de probabilidad de que el resultado este contenido en este intervalo. El significado de acuerdo con el enfoque frecuentista es que, si estimamos 100 veces el intervalo, 95 de estas veces contendrá el valor considerado verdadero.
- La estimación de la incertidumbre realizada a partir de datos muestrales no debe confundirse con la incertidumbre que caracteriza la población (los posibles resultados analíticos). Este último es un parámetro fijo y siempre desconocido el cual se estima a partir de las desviaciones estándar de los diferentes errores. Es éste el valor fijo atribuible a todos los posibles resultados de un método y no debe confundir-

se con los diferentes valores de incertidumbre obtenidos por diferentes procedimientos de estimación. En general, cuantas más fuentes de errores y más replicas contemple en forma realista la estimación, esta será más próxima al valor real teórico de acuerdo al modelo empleado.

B) Incertidumbre y adecuación al uso

La principal utilidad del concepto de incertidumbre es que permite la toma de decisiones en base a la adecuación de los resultados a la decisión a tomar. Existen diferentes opciones para juzgar la adecuación al uso de los datos.

Relación a una especificación o a límites fijados por normas

En la figura se observan las 4 posibles vinculaciones de una incertidumbre dada en relación con un valor superior máximo fijado por normas. Esta es una situación habitual en las regulaciones ambientales.

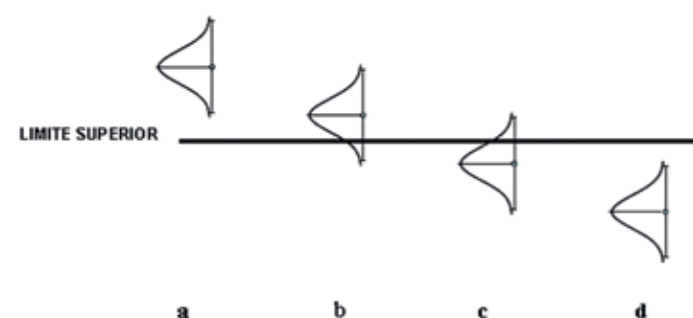


Fig. 8: Incertidumbre en función de un límite fijado por normas

- Caso a: El resultado está claramente no conforme en relación al límite superior (resultado menos incertidumbre expandida por encima del límite superior)
- Caso d: El resultado está claramente conforme en relación al límite superior (resultado más incertidumbre expandida por debajo del límite superior)
- Caso b: Resultado no conforme dentro del intervalo de la incertidumbre expandida
- Caso c: Resultado conforme dentro del intervalo de la incertidumbre expandida

La obtención de la incertidumbre en cualquier caso es un problema de balance de riesgos que el laboratorio junto con el tomador de decisiones (usuario de los resultados emitidos por el laboratorio que no necesariamente es el que paga el ensayo) debe definir. Suponiendo como hipótesis que el resultado se halla por debajo del límite máximo, el caso d es la opción más segura, es decir la que permite prever un número reducido de falsos positivos (aceptar que mi valor real está por debajo, cuando en realidad está por encima del límite superior).

Sin embargo esta seguridad, que evita los costos asociados a los falsos positivos presenta costos elevados ya que reducir la incertidumbre implica mayor número de muestras y replicas en el pretratamiento y análisis. La opción c es menos segura pero menos costosa.

Las opciones a y b requieren evaluar los falsos negativos, es decir, suponer que mi resultado supera el valor máximo cuando en realidad no lo supera. Es decir, resulta también un balance de riesgos.

En general para un laboratorio ambiental, con la hipótesis definida, los falsos positivos suponen costos asociados a la salud y el ambiente mientras que los falsos negativos resultan en costos innecesarios relacionados con la remediación o compensación.

El balance de riesgos supone un trabajo en conjunto del laboratorio con el usuario de los datos donde los aspectos claves son: Definición de la hipótesis de base (hipótesis nula), los recursos disponibles y los riesgos tolerables (α y β en el lenguaje estadístico del Test de hipótesis).

Otras aproximaciones para estimar la adecuación al uso

Se utilizan otras aproximaciones para estimar la adecuación al uso. Una de ellas consiste en definir una incertidumbre máxima admisible (por ejemplo 10%). El problema con esta aproximación es que muchas veces no está relacionada necesariamente con el uso a dar a los resultados.

Otro enfoque consiste en establecer relaciones entre diferentes componentes de la incertidumbre (se detalla en la siguiente sección). En el caso de muestreo, por ejemplo si se quiere comparar diferentes lotes o sitios de muestreo, la varianza de la medida no puede contribuir más de un 20% a la varianza total.

Estimación de la incertidumbre sin considerar la etapa de muestreo

A) Componentes de la incertidumbre

El resultado de una medida puede expresarse de acuerdo a sus errores sistemáticos y aleatorios según

$$X = \mu + \varepsilon_{aleat} + \sigma_{sist}$$

Considerando que estos errores se comportan como variables aleatorias independientes y que las incertidumbres están formadas por varianzas.

Entonces

$$U^2 = U_{aleat}^2 + U_{sist}^2$$

U : Incertidumbre expandida de la medida.

U_{aleat} : Componente de la incertidumbre expandida asociada a los errores aleatorios.

U_{sist} : Componente de la incertidumbre expandida asociada a los errores sistemáticos.

B) Diferentes aproximaciones para la estimación de la incertidumbre

Evolución histórica

Existen dos grandes enfoques en la estimación de la incertidumbre: el denominado "empírico" o "top down" y el denominado "teórico", "basado en modelo" o "bottom up".

En un origen estos enfoques nacieron distanciados. El primero fue desarrollado por ISO en 1993, plasmado en la guía denominada "GUM" ("Guide to the expression of uncertainty in measurement") y adoptado en la primera versión de la Guía Eurachem en 1995. El se-

gundo fue desarrollado por el Comité de métodos analíticos de la Royal Society of Chemistry (Inglaterra) y supone la utilización de datos provenientes de ensayos colaborativos. El mismo es adoptado con modificaciones por en NMKL (Nordic Comité on Food Analysis) en 1997. En el 2000 Eurachem edita la segunda versión de la Guía donde contempla la posibilidad de estimar la incertidumbre a partir del enfoque empírico.

En el 2004 se edita la guía del NORDTEST donde presenta una metodología empírica utilizando **los datos provenientes de los ensayos de aptitud o materiales de referencia certificados**, conjuntamente con datos provenientes de la validación o el control de calidad. Este enfoque supone, entre otros requisitos, que el laboratorio **haya demostrado previamente su competencia técnica mediante la acreditación**.

No es el objetivo de esta publicación el proporcionar una metodología detallada para la aplicación práctica de los procedimientos de estimación. Existen excelentes publicaciones que abordan este tópico. Se realizarán puntualizaciones importantes en cada enfoque.

Estimación empírica o "top down"

La estimación empírica no requiere la evaluación de las fuentes individuales que contribuyen a la incertidumbre y solamente hace uso de réplicas en los diferentes niveles metrológicos para la estimación del componente aleatorio conjuntamente con materiales de referencia certificados o ejercicios de desempeño para la estimación del componente sistemático.

Es importante recordar que, como se dijo, la clasificación del tipo de error depende del nivel metrológico considerado. La clasificación de errores como aleatorios y sistemáticos que se formula en las siguientes expresiones considera el proceso de medida desde un solo laboratorio en condiciones de repetibilidad que son las habituales en las determinaciones rutinarias. Es por este motivo que se clasifica como aleatorio exclusivamente al error intercorrida, independientemente de que los otros componentes salvo el correspondiente al error del método, se evalúan a partir de réplicas experimentales.

Se pueden considerar cuatro niveles metrológicos:

1. Intercorrida (Condiciones de repetibilidad-Error aleatorio)
2. Intracorrida (Condiciones de reproducibilidad intermedia-Error en serie)
3. Interlaboratorio (Condiciones de reproducibilidad-Error del laboratorio)
4. Método

El modelo de errores se puede expresar entonces:

$$X = \mu + \varepsilon_{aleat} + \sigma_{serie} + \sigma_{lab} + \sigma_{metodo}$$

El error sistemático (desde el punto de vista del laboratorio) ha quedado descompuesto en tantos componentes como niveles metrológicos (ver figura siguiente).

Realizando réplicas en los niveles 1,2 y 3 se pueden estimar las varianzas asociadas a cada error. Utilizando un material de referencia se puede evaluar la varianza asociada al sesgo del método.

La incertidumbre estándar U queda estimada de acuerdo a:

$$U^2 = s_r^2 + s_{serie}^2 + s_{lab}^2 + s_{metodo}^2$$

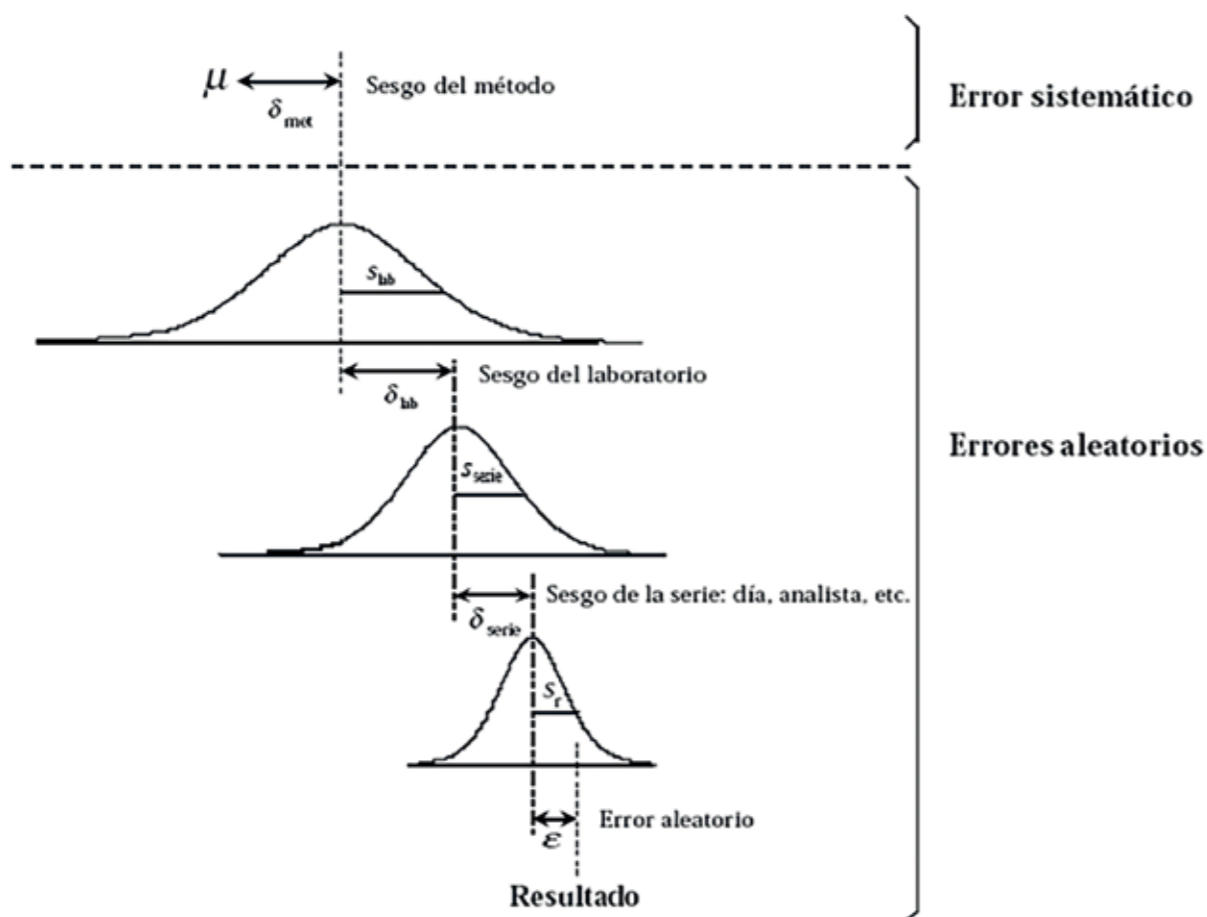


Fig. 9: Error sistemático y Error aleatorios

Estimación teórica o "bottom up"

Este enfoque se basa también en la expresión:

$$U^2 = U_{aleat}^2 + U_{sist}^2$$

La componente aleatoria se calcula a partir de réplicas en condiciones de precisión intermedia en un laboratorio al igual que el otro enfoque.

Los componentes sistemáticos se estiman a partir de un algoritmo de propagación de incertidumbre que tiene en cuenta los diferentes factores que influyen en los errores sistemáticos.

Se utiliza una expresión del tipo:

$$U_c(y(x_1, x_2, \dots)) = \sqrt{\sum_{i=1, n} c_i^2 \cdot u(x_i)^2}$$

U_c: Incertidumbre estándar combinada

y(x₁, x₂,...): Estimación del valor de un parámetro analítico (resultado) en función de la estimación de las magnitudes de entrada

c_i: Coeficientes de sensibilidad

U(x_i): Incertidumbre asignable a la magnitud de entrada x_i

Esta expresión supone un modelo lineal y en un conocimiento de las funciones de distribución de las magnitudes de influencia.

Comparación de ambos enfoques

En la tabla se resumen algunas de las ventajas y desventajas de cada enfoque. Ambos enfoques no son mutuamente excluyentes y pueden utilizarse conjuntamente para la estimación de la incertidumbre.

	ENFOQUE TEORICO	ENFOQUE EMPIRICO
VENTAJAS	Aporta información sobre los factores que afectan la incertidumbre para actuar sobre su reducción	Incluye todas las fuentes de error sistemático
	Se realiza exclusivamente a partir de datos recopilados en el laboratorio	Tiene aplicación general
	Relativamente menos costoso	Sencillez de la formulación
	Estimula el conocimiento de métodos y operaciones	No realiza suposiciones adicionales en relación a las distribuciones de los errores
	Aporta información a ser utilizada por otros métodos	
DESVENTAJAS	Es difícil identificar todas las fuentes de error	No aporta información sobre los factores que afectan la incertidumbre para actuar sobre su reducción
	Complejo de aplicar	Se requieren datos de interlaboratorios o materiales de referencia certificados
	Dificultad para estimar la incertidumbre por el efecto de la matriz	Relativamente más costoso
	Se realizan muchas suposiciones al asignar distribuciones de probabilidad para estimar algunos componentes de la incertidumbre	Se requiere participación en interlaboratorios o materiales de referencia certificados

Tabla 3: Comparación de enfoques

Incetidumbre tipo A y B en ambos enfoques

El enfoque de la guía GUM señala que existen dos tipos de incertidumbre, que designa como A y B, dependiendo de la forma como se han obtenido sus valores para incorporarlos en los cálculos de la incertidumbre combinada o expandida.

La incertidumbre de tipo A representa componentes que pueden ser evaluados a partir de distribuciones estadísticas de series de resultados (por lo tanto, expe-

rimientales y generalmente expresados por desviaciones estándar). Este tipo de estimación es la que predomina en el enfoque empírico.

La incertidumbre de tipo B que también pueden caracterizarse por desviaciones estándar, es aquella que se evalúa a partir de distribuciones de probabilidad supuestas, basadas en la experiencia u otro tipo de información. Es la forma de estimación de los componentes sistemáticos de la incertidumbre que predomina en el enfoque teórico.

Son valores que generalmente no se han obtenido en el propio laboratorio, sino por ejemplo a través de los certificados que acompañan al material volumétrico, a los materiales de referencia, etc.

En ocasiones se recurre a otras funciones de distribución no normales para calcular la incertidumbre estándar. Por ejemplo si se estima que una variable no puede tener un valor inferior a 12 ni tampoco superior a 15, y el valor correcto puede estar en cualquier lugar de ese intervalo, se puede considerar una distribución rectangular. Si $2a$ es la amplitud del intervalo se demuestra que la incertidumbre estándar es

$$\frac{a}{\sqrt{3}}$$

Este es el caso cuando un certificado u otra especificación proporcionan límites sin especificar el nivel de confianza.

Si se considera que valores próximo al valor estimado son más probables que los valores de los extremos, entonces se sustituye la distribución rectangular por la triangular, en la que se demuestra que la incertidumbre estándar tiene el siguiente valor, cuando el intervalo es

$$\frac{2a}{\sqrt{6}}$$

Estimación de la incertidumbre considerando la etapa de muestreo. Enfoque empírico.

La incertidumbre total de la medición se puede esquematizar de la siguiente manera:

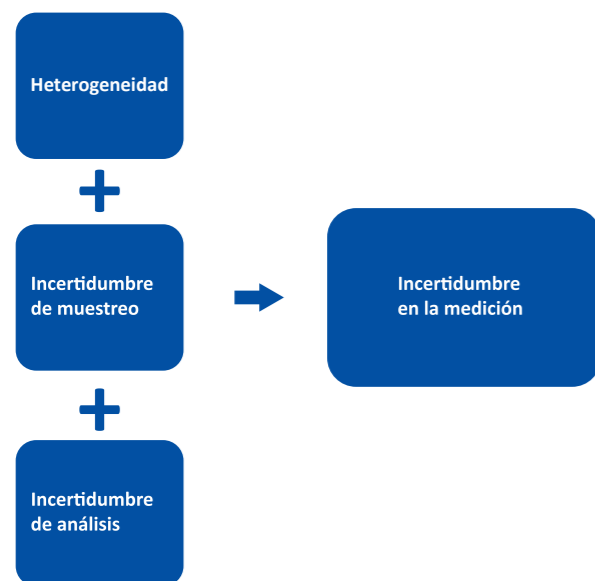


Fig. 10: Esquema de la incertidumbre total de la medición

Cuando se incorpora el muestreo al modelo de errores se añaden nuevos niveles metrológicos que deben ser añadidos al modelo general.

En el caso de muestreo se clasifica como aleatorio exclusivamente al error asociado al equipo de muestreo y está básicamente relacionado a la heterogeneidad de la población muestreada.

El resto de los componentes (salvo el asociado al error del método de muestreo) se evalúan a partir de réplicas experimentales involucrando varios equipos de muestreo.

En el caso que solamente se trabaje con un único objeto de estudio:

(Por ejemplo, se puede considerar un único objeto de estudio un solo sector de un campo donde se estudie la concentración de un contaminante).

$$x = x \text{ verdadero} + \varepsilon \text{ muestreo} + \varepsilon \text{ analítico}$$

Siendo
 x : valor medido
 $x \text{ verdadero}$: valor aceptado como verdadero
 $\varepsilon \text{ muestreo}$: error asociado al muestreo
 $\varepsilon \text{ analítico}$: error asociado al análisis

Por lo que considerando los errores como desviaciones estándares:

$$s^2 \text{ medida} = s^2 \text{ muestreo} + s^2 \text{ analítico}$$

Entonces la incertidumbre asociada se calcula como:

$$u = s \text{ medida} = \sqrt{s^2 \text{ muestreo} + s^2 \text{ analítico}}$$

En el caso que hubiera varios objetos de estudio: (Por ejemplo, se puede considerar varios objetos de estudio varios sectores de un campo donde se estudie la concentración de un contaminante).

$$x = X \text{ verdadero} + \varepsilon \text{ objetivo} + \varepsilon \text{ muestreo} + \varepsilon \text{ analítico}$$

Siendo en este caso:

$\varepsilon \text{ objetivo}$: error asociado a la variabilidad entre los diferentes objetos de estudio.

Por lo que considerando los errores como desviaciones estándares:

$$s^2 \text{ medida} = s^2 \text{ entre objetos de estudio} + s^2 \text{ muestreo} + s^2 \text{ analítico}$$

Entonces la incertidumbre asociada se calcula como:

$$u = s \text{ medida} = \sqrt{s^2 \text{ entre objetos de estudios} + s^2 \text{ muestreo} + s^2 \text{ analítico}}$$

Para estimar la incertidumbre asociada a la medida considerando el muestreo se debe realizar un diseño experimental que contemple varias tomas de muestra y el análisis posterior de esas muestras.

El modelo experimental más simple para aplicar es tomar por duplicado las muestras para luego analizarlas, este modelo experimental contempla:

- Mismo muestreador duplica pequeña porción de objeto de estudio
- Se hace por duplicado al menos el 10% de los objetos totales de estudio
- Pero no menos de 8 objetos de estudio (si solo hay un objeto de estudio se toman 8 duplicados del mismo)

A continuación, se esquematizan dos diseños simples por duplicado, diseño balanceado y diseño balanceado simplificado:

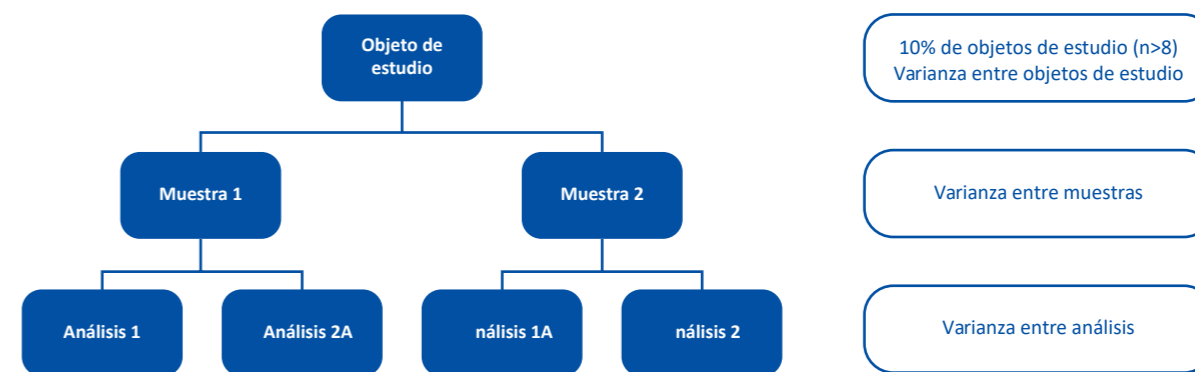


Fig. 11: Diseño Balanceado (para varios objetos de estudio)

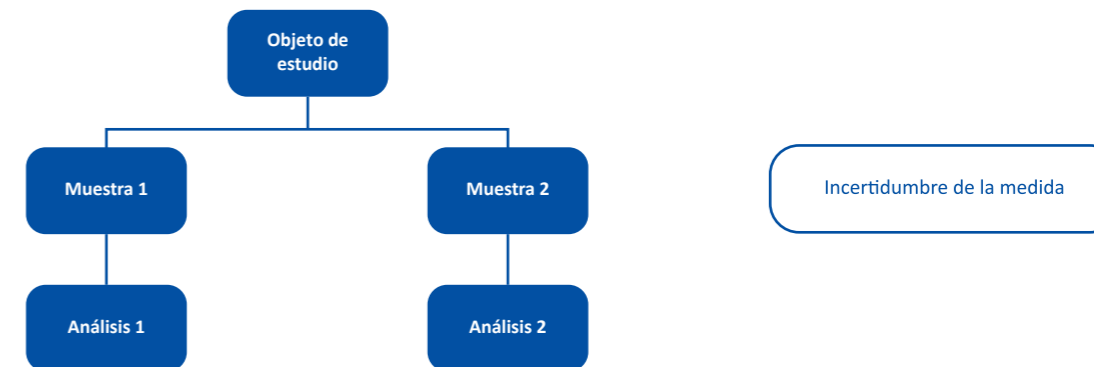


Fig. 12: Diseño Balanceado (para un objeto de estudio)

Para la estimación de las desviaciones asociadas a los diferentes niveles metrológicos es necesario la utilización de ANOVA, en el caso que la distribución de los datos obtenidos sea normal y no haya valores atípicos, en el caso de existir valores atípicos es necesario utilizar métodos ANOVA robustos (RANOVA).

El uso de este tipo de herramientas estadísticas escapa del alcance de este texto, por lo que para profundizar en el uso las mismas, así como para profundizar en estimación de incertidumbre incluyendo el muestreo se sugiere consultar la guía Eurachem: "Incertidumbre de medición derivada del muestreo. Aseguramiento de la validez de los resultados (Apartado 7.7 de la norma).

La norma en este punto indica que el laboratorio debe contar con un procedimiento para hacer el seguimiento de la validez de los resultados y luego nos brinda una serie de opciones incluidas entre la a) y k) y punto 7.7.2 de la norma. Un procedimiento no implica una opción, sino varias y la combinación de las mismas deberá ser acorde al tipo de ensayo que se realice y las implicancias legales se tengan para con los resultados.

Los organismos de acreditación signatarios de los acuerdos internacionales de reconocimiento, que acreditan laboratorios basados en la norma ISO/IEC 17025:2017 tienen requerimientos específicos extra normas y en casos especiales aplicadas para su disciplina (WADA/AMA, USDA, FDA-Laboratory Accreditation for Analyses of Foods (LAAF), EPA, National Lead Laboratory Accreditation Program (NLLAP), EPA-National Environmental Laboratory Accreditation Program (NELAP), AOAC-addon, etc) siendo este punto uno de los más resaltados.

Según el requisito de ILAC P9 para obtener la acreditación, además de cumplir con todos los puntos de 17025 el laboratorio debe haber participado con resultados satisfactorios en un ensayo de aptitud organizado por un proveedor de ensayos de aptitud (EA) acreditado según ISO 17043 para el EA específico. Si no existe un proveedor acreditado entonces debe participar en ensayos interlaboratorios donde participen laboratorios acreditados para el mismo alcance, normalmente organizados por entidades científicas específicas que los proporcionan (EPA, AOAC, WADA, entre otras) que de todas maneras deben demostrar cumplimiento de los requisitos de ISO 17043.

Actualmente contar con un material de referencia (matriz + analito) es accesible y en algunos casos los costos se han reducido. Por lo cual tener uno a disposición para verificar el funcionamiento en rutina del laboratorio es muy útil.

De la misma forma tener materiales de referencia certificados por proveedores acreditados bajo la norma

ISO 17034 es accesible, además de ser imprescindible si se va a usar las curvas de calibración como fuente de trazabilidad metrológica.

Como es un requisito tener los equipos calibrados regularmente, es importante también agregar un test de adecuabilidad para el ensayo involucrado, que normalmente se hace con un control positivo y un control negativo dentro de cada lote de análisis antes de empezar a analizar las muestras problema. Donde el control positivo es matriz más analito en una concentración conocida y que permitirá generar datos para hacer un gráfico de control. El control negativo podrá hacerse con un control negativo de reactivos cada vez que haya un cambio de reactivos y un control negativo de matriz sin analito. Existen muchas formas de hacer controles negativos de muestras que tienen per se, el analito a buscar pero que por distintos métodos físicos/químicos/ biológicos se puede extraer el analito de la matriz sin afectarla.

Otro punto importante cuando se trata de matrices con gran variabilidad es: ¿cuál es la matriz ideal para usar en un control positivo? Sin duda que no es la que posee menos interferencias con el análisis sino la que genere el mayor reto.

Cualquiera seas los métodos que se utilicen para el aseguramiento de la calidad, siempre deberán ser registrados, analizados (estadísticamente si es posible) y evaluados. Los criterios de aceptación deberán estar claramente predefinidos a los efectos de que cuando se encuentre un resultado anómalo, se genere un trabajo no conforme y se tomen las acciones pertinentes.

7. Aseguramiento de la validez de los resultados

(Apartado 7.7)

La norma en este punto nos indica que el Laboratorio debe contar con un procedimiento para hacer el seguimiento de la validez de los resultados y luego da una serie de opciones a) a k) y en el punto 7.7.2 indica el control externo. Tener un procedimiento no implica una sola opción de la lista, sino varias, si es posible todas. La combinación de las mismas deberá ser acorde al tipo de ensayo que se realice y las implicancias legales se tengan para con los resultados.

Para la acreditación, el requisito mandatorio por ILAC, es haber participado en un ensayo de aptitud organizado por un organismo acreditado por la norma ISO 17043 en el alcance solicitado, obteniendo un resultado satisfactorio. La alternativa en caso de no haber

proveedores acreditados es participar en ensayos de interlaboratorios donde participen laboratorios acreditados para el mismo alcance, normalmente organizados por entidades científicas específicas que los proporcionan. (EPA, AOAC, WADA, etc)

Actualmente contar con un material de referencia (matriz + analito) es accesible y en algunos casos los costos se han reducido. Por lo cual tener uno a disposición para verificar el funcionamiento en rutina del laboratorio es muy útil y necesario en caso que sea la forma de demostrar la trazabilidad de la medición.

También es un requisito tener los equipos calibrados por laboratorio de calibración acreditado y verificados regularmente, a lo cual se le debe agregar un test de adecuabilidad para el ensayo involucrado que normalmente se hace con un control positivo y un control negativo dentro de cada lote de análisis antes de empezar a analizar las muestras problema. Donde el control positivo es matriz más analito en una concentración conocida y que después permitirá generar datos para hacer un gráfico de control. Y donde el control negativo podrá hacerse con un control negativo de reactivos cada vez que haya un cambio de reactivos y un control negativo de matriz sin analito. Existen muchas formas de hacer controles negativos de muestras que tienen per se el analito a buscar, pero que por distintos métodos físicos/químicos/ biológicos se puede extraerlo de la matriz sin afectarla.

Otro punto importante cuando se trata de matrices con gran variabilidad, ¿cuál es la matriz ideal para usar en un control positivo? Sin duda que no es la que posee menos interferencias con el ensayo sino la que nos genere el mayor reto.

Cualesquiera sean los métodos que se utilicen para el aseguramiento de la calidad, siempre deberán ser registrados, analizados (estadísticamente si corresponde) y evaluados. Los criterios de aceptación deberán estar claramente predefinidos a los efectos de que cuando se encuentre un resultado anómalo se genere un trabajo no conforme y se tomen las acciones pertinentes.

8. Informe de resultados

(Apartado 7.8)

8.1 Generalidades (Apartado 7.8.1)

El término "informe" se refiere al informe de cualquier actividad de laboratorio, por ejemplo, "informe de ensayo", "certificado de calibración" o "informe de muestreo".

El laboratorio comunica al cliente los resultados una vez ejecutadas las actividades acordadas con él.

Como se indica en el apartado 6.2.6 de la norma UNIT/ISO/IEC 17025:2017, el laboratorio debe contar con personal autorizado para analizar, informar, revisar y liberar los resultados.

Previamente a la comunicación y al envío de los resultados obtenidos, estos deberán ser revisados y autorizados por el personal designado por el laboratorio, contrastando para esto con la solicitud realizada.

El informe emitido por el laboratorio varía en función de las actividades contratadas:

- Ensayo
- Calibración
- Muestreo y toma de muestra independiente con el posterior ensayo o calibración, realizados por otro laboratorio.

El contenido del informe ha de permitir realizar interpretaciones que se puedan requerir para tomar decisiones, por lo que la información que se proporciona por parte del laboratorio ha de ser:

- clara, validada y sin errores
- inequívoca, solo puede ser interpretada de una manera, sin posibilidad de duda
- objetiva, libre de intereses y prejuicios.

Los informes emitidos deben conservarse como registros técnicos.

Los Informes simplificados, han de ser previamente acordado con el cliente, y pueden ser para cliente interno o externo.

8.2 Requisitos comunes para los Informes (Apartado 7.8.2)

El **contenido mínimo** de información que ha de contener el informe es:

- Denominación del registro: informe de ensayo, certificado de calibración, informe de muestreo.
- Identificación completa del laboratorio emisor, con referencia clara al emplazamiento (dirección) donde se han llevado a cabo, ya sea en instalaciones propias o del cliente, contratadas, etc.
- Datos de identificación del cliente de la actividad que es objeto el informe
- Identificación única de cada parte que compone el informe, su relación con el conjunto del documento y su final.
- Descripción e identificación única de cada ítem, así como su condición cuando sea necesario.
- Fechas de muestreo y toma de muestra, de realizarse; de recepción del ítem, de ejecución de las actividades (o su referencia a ella) y de emisión del certificado
- Cuando sea pertinente referencia al plan de muestreo y toma de muestra.
- Referencia al método empleado.
- Resultados y sus unidades, si procede,
- Modificaciones ocurridas y autorizadas con respecto al método acordado.
- Declaración de limitación de responsabilidad sobre la aplicabilidad de los resultados obtenidos por proveedor externo.
- Personas que autorizan el informe; sólo requiere la identificación de la persona que autoriza el informe, no solicitando su firma.

El laboratorio puede minimizar la información que brinda en el informe siempre y cuando aporte razones válidas para ello como, por ejemplo, la protección de la privacidad o información del cliente, requisitos reglamentarios sobre declaración de conformidad, etc.; o minimizando así cualquier posibilidad de malentendido o uso indebido, o, por la determinación o acuerdo con una autoridad reguladora para presentar sólo la información solicitada.

El laboratorio asumirá la responsabilidad de toda la información incluida en sus informes excepto:

- Si el laboratorio emisor del informe no ha realizado el muestreo o la toma de muestra, se incluirá una reseña adicional para indicar que los resultados se refieren a la muestra según se recibió.
- El cliente aporta información, esta debe ser identificada como tal y será el cliente quien debe asumir la responsabilidad sobre la misma. Si se considera que dicha información puede afectar la validez de los resultados, se debe incluir una reseña delimitación de responsabilidad.

8.3 Requisitos específicos para los informes de ensayo (Apartado 7.8.3)

Los informes de ensayo deben incluir además de lo detallado en el apartado 7.8.2 de la norma:

- Información sobre condiciones específicas del ensayo,
- Incertidumbre de medición, expresada coherentemente de acuerdo con el resultado informado, siempre que lo solicite el cliente o cuando pueda afectar la conformidad con el límite de especificación, según se haya definido por la regla de decisión o acordado con el cliente.
- Toda información solicitada y/o requerida por el cliente y partes interesadas, como declaración de conformidad, opiniones e interpretaciones, etc.

Cuando el laboratorio es responsable del muestreo o toma de muestra se incorporará los requisitos especificados para estas actividades.

8.4 Requisitos específicos para los certificados de calibración (Apartado 7.8.4)

El informe de calibración debe incluir:

- Todos los requisitos del apartado 7.8.2 de 17025
- Ni el informe ni la etiqueta debe incluir recomendaciones sobre intervalos de calibración, salvo si existe acuerdo expreso o a solicitud del cliente
- Informar la incertidumbre de medición con una expresión coherente respecto al resultado informado.
- Condiciones de ejecución de los trabajos que influyan en las mediciones.

- Cuando se disponga, resultados antes y después de operaciones de ajuste y reparación.
- Declaración de trazabilidad metrológica de las mediciones.

Toda información requerida y solicitada por cliente y partes interesadas como ser declaración de conformidad, opiniones e interpretaciones, etc.

8.5 Información de muestreo – requisitos específicos (Apartado 7.8.5)

El informe de muestreo incluye los requisitos del apartado 7.8.2 de 17025 y todo lo relacionado con el muestreo como ser:

- Fecha de muestreo o toma de muestra.
- Identificación inequívoca del ítem muestreado.
- Localización del emplazamiento de la actividad, de manera permitir su repetición en la misma ubicación. Pueden ser anexados diagramas o fotografías, u otro material que ayude a la visualización de la ubicación.

- Condiciones ambientales y/u otras necesarias para la interpretación de los resultados.
- Cuando sea aplicable, toda información necesaria para la correcta evaluación de incertidumbre de medición ensayo y calibración posterior.

8.6 Información sobre declaraciones de conformidad (Apartado 7.8.6)

Tanto el cliente, como cualquier parte interesada podrán solicitar al laboratorio la presentación de declaraciones de conformidad frente a una especificación o norma.

El laboratorio **documentará la regla de decisión** adoptada en función de:

- Si la regla viene determinada por el cliente, normas o reglamentos, se documentará de acuerdo con esta prescripción, y no será necesaria una evaluación del nivel de riesgo asociado a la aplicación de esta.
- En caso contrario, se documentará la regla de decisión acompañada de una evaluación del riesgo inherente a su aplicación como nivel de incertidumbre o probabilidad de error de juicio.

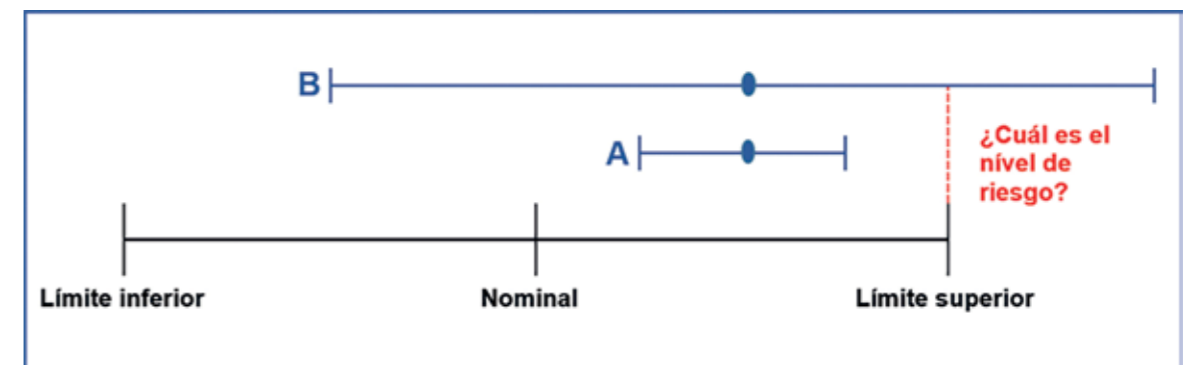


Fig. 13: Evaluación de riesgo inherente a la aplicación de la regla de decisión del cliente

El conocimiento del valor verdadero de un mensurando debe abordarse con un enfoque probabilístico, de modo que algunos valores se consideraran más probables que otros en corresponder al supuesto valor verdadero. Luego que el laboratorio establezca un “error máximo permitido”, la decisión del cumplimiento o no de un ítem con los límites de especificación podrá determinarse en la comprobación de los niveles de probabilidad y de riesgo aceptables para la medición asociada.

Se trata de establecer un valor máximo para la relación entre la incertidumbre máxima permitida (UMP) frente al error máximo permitido (EMP) de modo que se cumpla:

$$UMP = \frac{EMP}{3} \quad \text{o} \quad UMP = \frac{EMP}{5}$$

Esto es, básicamente un factor de seguridad establecido dentro del proceso de decisión de la medición con la reducción del límite de aceptación de forma que sea menor que el límite de especificación/tolerancia.

Cuando evaluamos una medición en relación con una tolerancia especificada, se puede utilizar el índice de capacidad de medición (Cm) que aplicado a los equipos de medición se calcula como:

$$Cm = \frac{EMP}{UPM} \geq 3$$

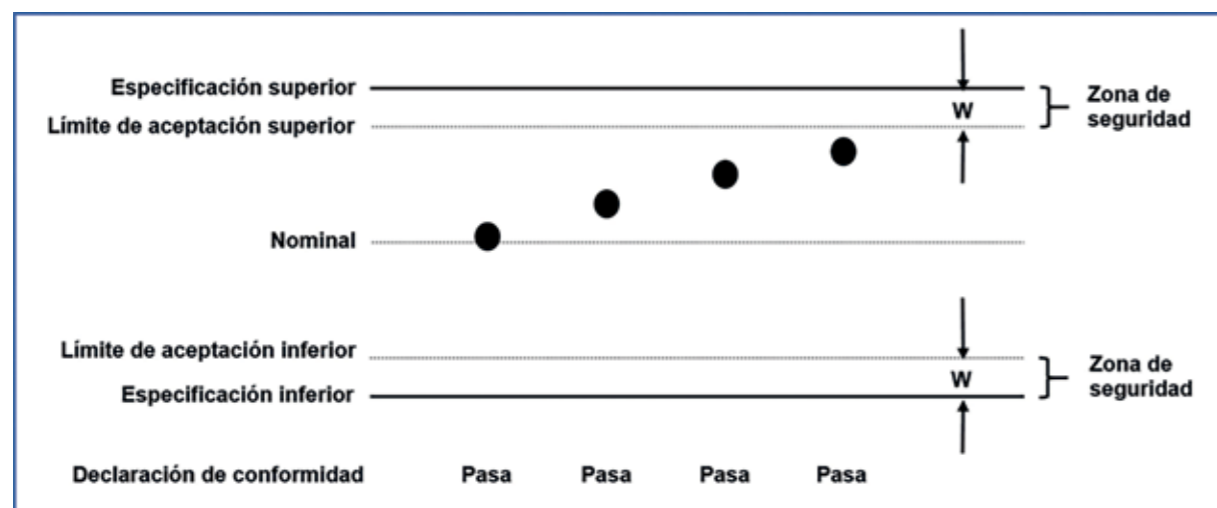


Fig. 14: Valores, especificaciones y límites.

Las zonas de seguridad se pueden emplear cuando la incertidumbre de la medición del resultado puede considerarse constante y así reducir la probabilidad de tomar una decisión de conformidad incorrecta, por lo que los límites de EMP se desplazan hacia adentro (falso positivo) o hacia afuera (falso negativo) en un valor correspondiente a la incertidumbre:

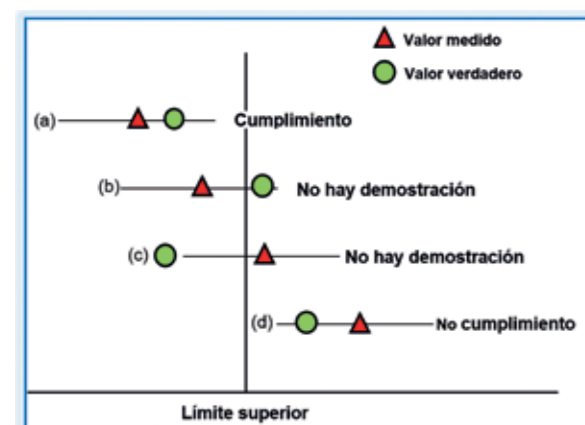


Fig. 15: Esquema de regla de decisión basado en zonas de seguridad (guard banding)

Según figura anterior, se puede ver que:

- Si el resultado de la medición más la incertidumbre expandida es menor que el límite superior de la especificación se informa cumplimiento. (Caso A)
- Si el resultado de la medición menos la incertidumbre supera el límite superior de la especificación, se declara no cumplimiento (Caso D)
- Cuando el resultado de la medición, sumada y restada la incertidumbre, incluye el límite de la especificación, no es posible declarar cumplimiento ni incumplimiento. (Caso B y C)

Existe un riesgo asociado a la toma de decisiones incorrectas, dando conformidad a un ítem que no cumple con los límites de especificación o rechazando un ítem que sí cumple con la especificación. Existiendo también situaciones en las que no será posible emitir una declaración en ninguno de los sentidos. El laboratorio ha de aplicar el pensamiento basado en riesgo para este requisito.

En la información relacionada con la declaración de conformidad, junto con la regla de decisión ha de quedar delimitado claramente:

- La extensión de la conformidad, que partes de las especificaciones se cumplen o no. Si la evaluación del cumplimiento con la especificación incluye varias

magnitudes, cada valor de medición debe ser evaluado de manera independiente.

- Los resultados a los que se le aplica la declaración. De manera de evitar errores de interpretación, se deberá acompañar con reseña aclaratoria en referencia a la relación exclusiva de los resultados con las condiciones de ensayo, calibración o muestreo del ítem en cuestión
- La declaración de conformidad debe identificar claramente: para que los resultados se apliquen; el cumplimiento o no de las especificaciones, normas o sus partes; y la regla de decisión. La nota del requisito hace referencia a la ISO / IEC Guía98-4

Otra opción para el cumplimiento del presente requisitos se puede ver en el ANEXO VI.

Para información adicional para establecer reglas de decisión en declaración de conformidad véase la Guía ILAC G8:09/2019.

8.7 Información sobre opiniones e interpretaciones

(Apartado 7.8.7)

La información sobre opiniones e interpretaciones deberá estar fundamentada y por lo tanto han de documentarse los fundamentos o argumentos sobre los que se han establecido las mismas; además deberán ser emitidas por personal autorizado del laboratorio en relación con el ítem evaluado. Entonces deben aparecer identificadas como tales en el informe de manera de evitar un error de interpretación por parte de los clientes o partes interesadas.

El laboratorio debe conservar registro de las comunicaciones verbales que haya mantenido con el cliente. El laboratorio debe autorizar oficialmente al personal encargado de dar opiniones y hacer interpretaciones.

8.8 Modificaciones a los informes

(Apartado 7.8.8)

Los contenidos podrán presentarse de una manera simplificada cuando el cliente así lo solicite, si bien los contenidos generales y específicos establecidos en los apartados anteriores han de estar igualmente disponibles, aunque no se incluyan en el informe.

Por ser registros técnicos, las modificaciones y correcciones están sujetas al apartado 7.5 de la norma 17025 además de los siguientes requisitos adicionales:

- El nuevo informe ha de identificarse como tal, incorporando los datos necesarios para relacionarlo con el anterior, indicando claramente si se trata de un reemplazo, una corrección o una modificación.
- Deberá existir una clara identificación de los cambios producidos con respeto al informe anterior debiéndose también proporcionar, cuando sea apropiado, información sobre las razones de los cambios.

Ejemplo de aplicación del pensamiento basado en riesgos para Informes:

Riesgos	Causas	Consecuencias	Actuaciones
Informe inadecuado	Contenido mínimo mal establecido	Interpretación errónea de los resultados o imposibilidad de interpretación.	Establecer una sistemática de actualización, formación y estudio en materia de normas y legislación aplicable.
	Información o datos incompletos.	Error en la interpretación de los resultados.	Automatizar la elaboración de informes.
	Mal uso de la marca de acreditación de actividades.	Cliente insatisfecho.	
	Información suministrada por el cliente incompleta, etc.	Mala imagen.	Establecer una sistemática de registro de las necesidades del cliente al elaborar las ofertas o al recibir muestras en el laboratorio.
	Error en la selección de las especificaciones que aplicar.	Pérdida de la acreditación.	
	Falta de actualización de los valores paramétricos por cambios en la normativa vigente.	Interpretación errónea de los resultados o imposibilidad de interpretación.	Revisar los datos introducidos en el registro de alta de muestras.
Error de envío	Datos del cliente erróneos.	Pérdida de confidencialidad (véase el apartado 4.2 de la norma).	Revisar antes del envío.
	Envío incorrecto.		Automatizar.
		Cliente insatisfecho.	
		Mala imagen.	
		Toma de decisiones errónea.	Revisar los informes por personal cualificado y habilitado antes de su emisión.
		Falta de trazabilidad.	

Tabla 4. Informe – Pensamiento basado en riesgos

9. Quejas (Apartado 7.9)

La norma ISO/IEC 17025:2017 define como queja a la “expresión de insatisfacción presentada por una persona u organización a un laboratorio, relacionadas con las actividades o resultados de ese laboratorio, para la que se espera una respuesta”.



Fig. 16: Proceso de gestión de queja.

El Laboratorio debe contar con un proceso documentado para recibir, evaluar y tomar decisiones acerca de las quejas.

Este proceso debe ser accesible a cualquier parte interesada que lo solicite y además ha de ser sistemático, imparcial y transparente a los clientes y partes interesadas.

El laboratorio debe confirmar formalmente la recepción de la queja y mantener informado a quien reclama del grado del avance del tratamiento brindado a la queja y de su cierre.

Una vez recibida la queja, el laboratorio determinará si la misma procede o no, es decir si se corresponde con sus actividades declaradas, poniendo en marcha el proceso de tratamiento en caso afirmativo.

Para el tratamiento de la queja, se deben seguir una serie de pasos que nos permitirán gestionar de manera efectiva este requisito como se describe en la siguiente figura.

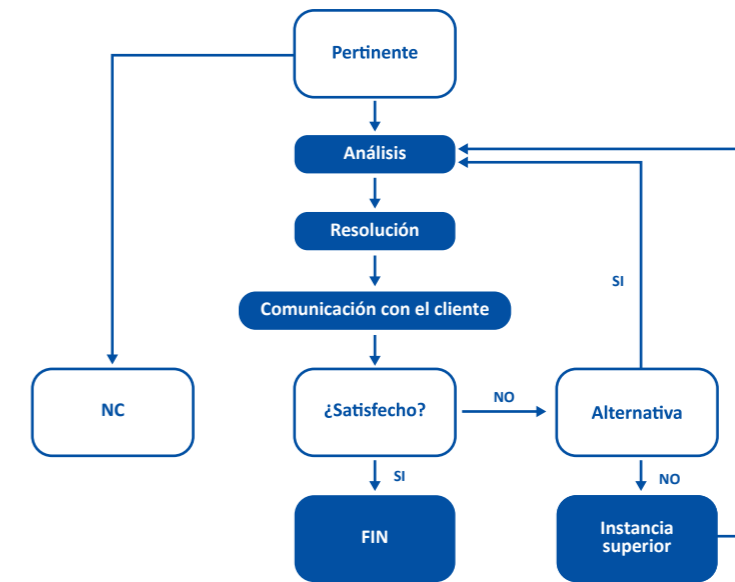


Fig. 17: Pasos a seguir ante una queja.

I. RECEPCIÓN:

Los medios por los que se pueden recibir quejas varían en función de los diferentes canales de comunicación que la organización tenga habilitados con los clientes.

En el caso que la queja sea realizada de manera verbal (llamadas telefónicas o personalmente) será conveniente además solicitar documentación escrita a los efectos de dar curso a la queja.

Independiente del modo en que se recibió la queja, la misma debe ser registrada teniendo en cuenta los compromisos de confidencialidad establecidos para su tratamiento.

La dinámica utilizada para registrar la queja lo define la organización, pudiendo hacerse mediante un formulario en formato papel, formato electrónico o un sistema informático, **pero siempre asegurando su trazabilidad.**

Las quejas deben ser respondidas en el menor tiempo posible. En el caso de que las acciones a implementar sean de compleja aplicación, se informará al cliente, la justificación y fecha planificada para su efectiva resolución.

II. EVALUACIÓN:

Esta etapa permite determinar la pertinencia de una queja. Para su análisis es necesario también reconocer e identificar la severidad, el impacto, la complejidad y si es necesario una medida de contención inmediata. Cuando la queja no es pertinente, se deja asentado el cierre de esta en el formato de registro utilizado y se da aviso al cliente también documentando esta acción.

III. ANÁLISIS:

En esta etapa se requiere la participación de personal que estuvo involucrado con el área afectada por la queja, y toda persona que pueda emitir un juicio sobre cómo la queja afecta al SG y la competencia técnica y validez de los resultados emitidos.

En los casos que se considere necesario, se puede solicitar a quien presentó la queja información adicional para complementar el análisis de esta.

IV. RESOLUCIÓN:

Con el propósito de mantener la objetividad, en la decisión adoptada para resolver una queja, puede intervenir como no, el personal que hizo el análisis. La resolución es asentada en el formato de registro adoptado.

V. COMUNICACIÓN AL CLIENTE:

La resolución de la queja es comunicada al cliente y se deja constancia documentada de ello, de modo de solicitarle su aceptación o comentarios sobre lo expuesto. Ante la insatisfacción del cliente, se evaluarán alternativas que no se habían tenido en cuenta previamente, volviendo a realizar un nuevo análisis tomando los comentarios que el cliente expuso cuando se le mencionó la resolución. Si no se encuentran alternativas válidas se eleva la queja a una instancia superior (gerencia, dirección, mandos medios) para que adopte las medidas que considere adecuadas mediante un nuevo análisis.

VI. NO CONFORMIDAD:

Para completar el análisis, **se establece si de la queja surge la necesidad de la gestión de una No Conformidad** para evitar reiteradas quejas por causas similares.

Se debe evitar siempre que sea posible que los individuos que hayan realizado la actividad de laboratorio

objeto de la queja estén involucrados en la decisión sobre la misma.

La participación de personal independiente para la elaboración o análisis y aprobación de las conclusiones de la queja es necesaria para las reclamaciones que impliquen un análisis técnico por otra persona competente en el asunto objeto de la queja y no hay necesidad de implicar otra instancia para analizar una queja cuya causa sea obvia, por ejemplo, proveniente de una cuestión editorial, como un error tipográfico en el informe de ensayo o certificado de calibración.

La nota del requisito 7.9.6 de la norma ISO/IEC 17025:2017 aclara que cualquiera de las acciones puede ser realizada por personal externo. Sin embargo, el requisito permite que el personal involucrado en la actividad de laboratorio en cuestión participe de alguna forma en el proceso, sea en la elaboración de la conclusión o en el análisis de la queja. En caso de que esto ocurra, debe necesariamente haber una conclusión o una revisión y aprobación por persona(s) independiente (s).

Se espera que el laboratorio tenga una justificación plausible para no notificar formalmente al cliente sobre el final de la queja. Una notificación formal, puede ser, por ejemplo, la entrega del informe revisado al cliente.

10. Trabajo no conforme

(Apartado 7.10)

Durante la ejecución de las actividades del laboratorio pueden darse situaciones que pongan en riesgo los principios de imparcialidad y competencia, por lo que en la medida en que el laboratorio sea capaz de identificar de forma proactiva las circunstancias, condiciones y fuentes de error, podrá mejorar su compromiso con dichos principios.

Aun cuando el error haya sido inevitable, el laboratorio debe contar con mecanismos de respuesta para minimizar sus efectos, considerando esta información como entradas para la mejora continua del sistema de gestión del laboratorio, revisando y actualizando su funcionamiento de rutina para optimizar la efectividad de sus actividades.

El laboratorio mantendrá documentos y conservará los registros de manera de asegurar que:

- Tiene establecidas las responsabilidades y el grado de autoridad de su personal para todos los pasos que implica identificación, análisis, confirmación, toma de acciones, seguimiento, toma de decisiones y cierre del trabajo no conforme.

Esto es de suma importancia cuando el laboratorio recurre a personal externo para la realización de sus actividades declaradas, ya que los riesgos asociados son diferentes que los que corresponden cuando el personal es suyo.

- Evalúa la extensión, consecuencias y el efecto del trabajo no conforme ocurrido.

El laboratorio una vez que detecta y confirma un trabajo no conforme debe determinar desde cuando se produce y cuál es su alcance de manera de tomar decisiones adecuadas.

- El proceso se dimensiona de manera que las acciones que se tomen se definirán de acuerdo con el nivel de riesgo asociado.

Pueden usarse desde interrupciones de actividades hasta su repetición, segregación, corrección, etc.

Cuando el laboratorio en su análisis y evaluación comprueba que existe o puede existir recurrencia en su trabajo no conforme detectado, se deberán poner en marcha acciones correctivas.

- Se le informa al cliente cuando sea necesario, y se ha de acordar con él la aceptación o no de las actividades contratadas, revisando o actualizando, si es pertinente, las condiciones del servicio.
- El laboratorio identificará la responsabilidad de detención y reanudación de las actividades afectadas.

El laboratorio puede contar con un registro con formato de checklist para determinar el análisis del trabajo no conforme como se puede ver en ANEXO V.

11. Control de los datos y gestión de la información

(Apartado 7.11)

Los componentes físicos, el software, el firmware y los datos de referencia empleados en las actividades del laboratorio son considerados equipamiento, por lo que sus condiciones de uso y funcionamiento ha de ser información documentada disponible para usuarios internos o externos del laboratorio y han de ser tratados como tal.

Cualquier sistema de gestión de la información que el laboratorio pueda emplear, debe garantizar su integridad, disponibilidad y confidencialidad, por lo que han de validarse los sistemas de gestión de la información antes de su puesta a punto en la rutina

asegurándose que funciona según las especificaciones de usuario y cuando se produce algún cambio. La validación debe contemplar, cálculos y transferencia de datos que se realicen.

Los cambios que se produzcan en código y configuración deben ser autorizados, documentados y validados antes de su aplicación por personal con responsabilidad asignada. La extensión y complejidad de validación dependerá de si se trata de un software comercial de uso general o uno a medida.

La validación de un sistema de gestión de la información debe implicar, por ejemplo, la ejecución y el control de los procesos de análisis, el cumplimiento de las instrucciones operativas, los registros de las mediciones, incluidos los datos primarios directamente en formato electrónico, los cálculos y las comunicaciones relativas a los sistemas de medición automatizados.

Todo sistema de gestión de la información deberá garantizar que:

- La información esté disponible, cuando y donde se requiera.
- La información esté sólo disponible para aquellas personas autorizadas a acceder a ella.
- Los datos no han sido modificados desde su creación sin autorización y, por tanto, la información disponible es válida y consistente.
- Los usuarios se identifican, autentifican al acceder al sistema.
- Las condiciones de operación tienen lugar en instalaciones y ambientes diseñados para asegurar su integridad, disponibilidad y confidencialidad.

Estos requisitos se pueden cubrir mediante:

- Sistemas de autorización para el control de acceso del personal a zonas restringidas, a equipamiento y software, luego de la autenticación.
- La retención de registros de fallas del sistema y acciones inmediatas y correctivas apropiadas por parte del laboratorio.
- Creación de niveles de acceso y autorizaciones para los distintos perfiles de cargo.
- Realización de copias de seguridad y de respaldo (físico, nube, etc.) para la recuperación de la información en caso de pérdida o daño. Control de tiempo que se necesita para acceder a los datos luego de algún incidente simulado.
- Encriptación de datos como protección de la información transmitida y/o almacenada en los equipos.

- Empleo de cortafuegos (sistemas de control de accesos no deseados).
- Empleo de antivirus.
- Instalación y configuración de ordenadores, servidores proxy, usados como intermediarios entre la red interna del laboratorio y las redes externas.
- Uso de firma electrónica o de certificado digital de forma de garantizar la identidad de las personas.
- Auditorías periódicas para comprobar funcionamiento de las medidas anteriores.
- Validación de las planillas de Excel, dejando registro de cada desafío realizado.
- Validación del software de los equipos, sobre todo aquellos que tienen impacto directo en la muestra.

Si el sistema es hecho a medida, ha de verificarse su cumplimiento con respecto al requisito de usuario que el laboratorio ha formulado al proveedor de servicio y ha de cumplir con el conjunto de normas aplicables que rigen o regulan la gestión y el uso de registros electrónicos.

Empleando el pensamiento basado en riesgo, es adecuado aplicarlo al uso de estos sistemas de gestión de la información para decidir y establecer el alcance de las anteriormente planteadas considerando a los menos elementos: físicos, humanos y de aplicaciones informática.

Si el laboratorio recurre a un proveedor externo para la gestión y mantenimiento de los sistemas de gestión informática, éste debe trasladar al proveedor los requerimientos aplicables a esta norma para que sean debidamente cumplidos y esto lo realiza a través de una especificación de compra y seguimiento del proveedor.

En el requisito 7.11.4 de la norma, se requiere que el proveedor o el operador del sistema de gestión de la información en el laboratorio (SGIL) cumplan todos los requisitos aplicables de la norma. Algunos de estos requisitos se encuentran tratados en otros apartados de la norma, como ser los siguientes:

- **4.2 Confidencialidad:** la protección de la información confidencial y de los derechos de propiedad de sus clientes;
- **6.6 Productos y servicios suministrados externamente:** la adecuación de los productos y servicios suministrados externamente que afecten a las actividades de laboratorio;

- **7.5 Registrostécnicos:** el mantenimiento y la manipulación de los registros técnicos para cada actividad de laboratorio, su recuperación y garantías de trazabilidad de la información;
- **7.8 Presentación de resultados:** los requisitos para la presentación de resultados, tanto en forma de copia impresa como por medios electrónicos;
- **8.4 Control de registros:** los requisitos para establecer y mantener los registros para demostrar el cumplimiento de los requisitos de la norma.

Algunas formas de demostrar que el proveedor externo cumple con estos requerimientos pueden ser a través de: contratos, declaración de política, términos de adhesión y otras formas similares que consideren tales requisitos.

El requisito 7.11.5, requiere que el laboratorio asegure que las instrucciones, manuales y datos de referencia pertinentes para el SGIL, se mantengan fácilmente disponibles para el personal. Están vinculados a este requisito los siguientes apartados:

- **6.4.11:** aborda los datos de calibración y de material de referencia que incluyen valores de referencia o factores de corrección;
- **7.2.1.2:** abordalos métodos, procedimientos y documentación de apoyo, tales como instrucciones, normas, manuales y datos de referencia pertinentes para las actividades de laboratorio;
- **8.3.2d):** requiere que las versiones pertinentes de los documentos aplicables estén disponibles en los puntos de utilización y, cuando sea necesario, su distribución sea controlada.

Los requisitos para los (SGIL) no se restringen sólo a sistemas informáticos (LIMS), pero sí aplican a cualquier tipo de sistema de gestión de la información.

VI. Requisitos del sistema de gestión (Apartado 8)

Ing. Alim. Gabriela Chao - Ing. Qca. María José Pérez

1. Opciones

(Apartado 8.1 de la norma)

La norma en esta nueva versión, presenta 2 opciones para el cumplimiento de los requisitos vinculados a la implementación de un sistema de gestión. De esta manera los laboratorios pueden operar un sistema de gestión que cumpla con ISO 9001 para cumplir con los requisitos de gestión de ISO/IEC 17025.

Para el cumplimiento de los requisitos del sistema de gestión la norma establece los requisitos mínimos a cumplir (ver Opción A). La otra opción contempla aquellos laboratorios que han establecido y que mantienen un sistema de gestión de acuerdo a requisitos de norma ISO 9001 y plantea la necesidad de demostrar cumplimiento con requisitos adicionales para la ISO 17025 (opción B). Ambas opciones pretenden lograr iguales resultados en el desempeño del sistema de gestión.

1.1 Generalidades (Apartado 8.1.1)

El laboratorio debe contar con un sistema de gestión documentado, el cual debe implementarse y mantenerse de forma tal que constituya el apoyo y la evidencia de cumplimiento de los requisitos que la norma 17025 establece, asegurando la calidad de los resultados del laboratorio. El laboratorio además de cumplir con los requisitos de los capítulos 4 al 7 de la norma debe contar con un sistema de gestión de acuerdo con alguna de las dos opciones presentadas.

1.2 Opción A (Apartado 8.1.2)

En este apartado la norma lista los ocho requisitos mínimos a cumplir, los cuales se explican en los puntos 3 a 9 del capítulo.

1.3 Opción B (Apartado 8.1.3 de la norma)

En este punto se afirma que un laboratorio que cumple con ISO 9001 contempla los requisitos del sistema de gestión establecidos en los apartados 8.2 a 8.9 de la norma ISO/IEC 17025.

Cabe aclarar que los laboratorios que implementan el capítulo 8 de la ISO/IEC 17025 también cumplirán con los requisitos de gestión de la norma ISO 9001, pero el cumplimiento de esta última no demuestra la competencia técnica del laboratorio. Siendo para esto necesario dar cumplimiento a los requisitos del capítulo 4 a 7 de la ISO/IEC 17025.

2. Documentación del sistema de gestión (Opción A)

(Apartado 8.2)

El objetivo de la implementación de un sistema de gestión es mantener los procesos involucrados bajo control y apuntar a la mejora continua. Para esto entre otras actividades, debe documentarse la política de calidad y los objetivos planteados, así como otros documentos identificados, sistemas, programas, procedimientos, registros, relacionados con el cumplimiento de los requisitos que establece la norma. Toda esta documentación debe estar disponible para el personal involucrado de acuerdo con sus responsabilidades y la dirección debe asegurar su entendimiento e implementación.

La dirección debe establecer, documentar y revisar periódicamente políticas y objetivos **abordando la competencia, la imparcialidad y la operación coherente del laboratorio**, estableciendo los objetivos de manera consistente con las políticas definidas por la dirección.

Debe además contar con evidencia de compromiso con el desarrollo y la implementación del sistema de gestión y con la mejora de su eficacia. Esto puede evidenciarse mediante el cumplimiento de los objetivos, el establecimiento de indicadores, seguimiento de procesos, informes periódicos sobre el sistema de gestión y su grado de avance.

Todos los documentos relacionados con el cumplimiento de los requisitos de la norma deben estar incluidos, referenciados o vinculados en el sistema de gestión a los efectos de brindar trazabilidad.

3. Control de documentos del sistema de gestión

(Opción A) (Apartado 8.3)

El sistema de gestión del laboratorio **debe controlar los documentos internos y externos que se encuentren relacionados con el cumplimiento de los requisitos de la norma**. Esto incluye declaraciones de políticas, procedimientos e instructivos, informes de resultados, especificaciones, instrucciones de fabricante, tablas de calibración, gráficos, libros de texto, posters, notificaciones, etc. Los mismos pueden estar en formato digital o papel y deben estar inequívocamente identificados, así como disponibles para su uso cuando se requiera. Es importante que además se definan mecanismos por los cuales el contenido de los documentos se encuentre protegido de cambios involuntarios.

La gestión documental puede realizarse a través de software o directamente en procedimientos definidos por el laboratorio para el control de documentos, estableciendo allí cómo se va a dar cumplimiento a cada requisito, por ejemplo, cómo se realizará el control de los documentos, la aprobación y emisión, que el sistema de codificación de documentos resulte práctico, considerando los tipos de documentos definidos y los sectores en los cuales se va a aplicar y el control de distribución de copias, si fueran necesarias las mismas.

En cualquiera de los casos, el laboratorio no podrá emitir y disponibilizar para su uso, un documento que no haya sido previamente aprobado por personal autorizado. Además, el laboratorio debe asegurar que los documentos aprobados se revisen y actualicen periódicamente. Esta periodicidad no está establecida dentro de la norma pero debe ser un plazo conveniente para la dinámica de la organización, tomando como premisa que los documentos reflejen los procesos tal como se realizan. Los cambios que surgen de esas revisiones deben estar identificados. Por ejemplo, con un control de cambio en el mismo documento o en un apartado donde se detallen los cambios como parte del contenido del documento.

Si se entiende necesario conservar documentos obsoletos para consulta u otro propósito, es importante que estén claramente identificados, y segregarse para evitar su uso no intencionado. Puede utilizarse, por ejemplo, una marca de agua con la leyenda "Obsoleto" o un sello con la misma leyenda.

4. Control de registro

(Opción A) (Apartado 8.4)

El objetivo de controlar los registros es asegurar el mantenimiento adecuado de los mismos, como evidencia del cumplimiento de los requisitos, tanto de la norma como del laboratorio y de los clientes; y permitir la reconstrucción de los procesos que aporten a la trazabilidad y análisis de los mismos. Este control alcanza a los registros técnicos y de gestión establecidos por el laboratorio (los que pueden incluir correos electrónicos, registros externos como certificados de calibración o calificación, solicitudes o contratos con especificaciones por parte del cliente, entre otros). En el apartado 7.5 de la norma se establecen condiciones adicionales con respecto a los registros técnicos ya que son estos los que aportan a la validez y confianza de los resultados de ensayo emitidos.

El control de registros debe asegurar la adecuada identificación, almacenamiento, protección, copia de seguridad, archivo, recuperación, tiempo de conservación y disposición de éstos.

En cuanto a la protección de los registros lo importante es asegurarse que la trazabilidad de los cambios sea resguardada y minimizar la posibilidad de cambios involuntarios.

Algunas de las siguientes acciones pueden resultar útiles para dar cumplimiento a los requisitos:

Para los registros en soporte físico (papel):

- Modificaciones o enmiendas se realizan de forma tal que el dato y/o información original permanezca legible.
- Identificación de quien realiza la modificación con la fecha que corresponda y una leyenda del motivo del endoso (si es por corrección, por actualización de información u otra causa).
- Emplear mecanismos que impidan o minimicen la pérdida de información registrada (involuntaria o no), como el uso de tintas indelebles, etiquetas con una adherencia adecuada para el ambiente al que serán sometidas.
- Contar con un método de conservación alternativo para los registros que se emiten en medios no esta-

bles en el tiempo, como por ejemplo los papeles térmicos de algunos equipos. En estos casos es conveniente escanear o sacar una fotocopia estableciendo un lugar de almacenamiento.

Para los registros que se generan en soporte digital:

- Se pueden utilizar herramientas propias de programas y/o software (LIMS, sistemas de extracción y procesamiento de datos de los equipos, o algún otro disponible) como accesos restringidos, auditorías de modificaciones, etc.
- Para las planillas en Excel, por ejemplo, puede emplearse bloqueo de celdas que contengan fórmulas, protección de libro y/o pestañas mediante contraseñas.

Todos los registros deben permanecer legibles al menos durante el periodo de conservación, el cual es definido por el laboratorio. El período de guarda debe ser evaluado según conveniencia. Pueden existir otros casos en que por acuerdos contractuales o normativa legal, se requiera contar con los mismos por un tiempo definido en ellos. De igual manera para registros que involucren procesos que se encuentran vigentes, por ejemplo, en el caso de validaciones, considerar mantener esos registros como evidencia.

Para los registros digitales es recomendable realizar respaldos periódicos de la información durante el período de guarda establecido.

Los registros generados en el laboratorio deben estar fácilmente accesibles, sin comprometer los acuerdos de confidencialidad. Para aquellos registros que requieran restricción de uso, pueden establecerse niveles de acceso si son digitales y en caso de soportes físicos en lugares con acceso a personal autorizado, por ejemplo en recintos bajo llave.

A efectos de la accesibilidad es recomendable tener un almacenamiento ordenado y definir responsables de la integridad de los registros. Además, en el caso de registros digitales, el almacenamiento es aconsejable que no se realice en las sesiones de usuario sino en carpetas compartidas con personal restringido de acuerdo con el contenido de los mismos.

Para la disposición de los registros luego del período de guarda es recomendable la destrucción de éstos, de manera tal que la información allí contenida no comprometa la confidencialidad y pueda ser utilizado para otros fines fuera del laboratorio.

5. Acciones para abordar riesgos y oportunidades

(Opción A) (Apartado 8.5)

En este apartado se incorpora un enfoque explícito al concepto de abordaje a riesgos y oportunidades. El análisis preventivo de resultados indeseados estaba incluido en las acciones preventivas de la versión anterior de la norma, en la versión 2017 se elimina el apartado relativo a estas acciones y se incluye algo más abarcativo: riesgos y oportunidades.

Este enfoque es muy importante a la hora de realizar planificación de distintas actividades en el laboratorio, de forma de poder prevenir situaciones indeseables y asegurar de manera más eficiente los resultados que se generan. Asimismo, pueden surgir oportunidades que en otro momento no hubieran aparecido en base al estudio de distintas situaciones que pudieran plantearse.

Para establecer acciones que permitan abordar los riesgos y las oportunidades en primer lugar hay que identificarlos. La norma establece las actividades que deben incluirse en el análisis correspondiente.

Dentro de las actividades del laboratorio se debe evaluar y decidir sobre cuales actuar, según un análisis de gravedad de las consecuencias (impacto) y probabilidades de ocurrencia. Esto puede realizarse con un estudio de históricos dentro del laboratorio, análisis teóricos, opiniones informadas y expertas y necesidades de las partes interesadas. Pueden emplearse para el análisis, metodologías de gestión de riesgo formales (guías, normas -ver ISO 31000 como directriz e ISO 31010 como norma internacional para la gestión-) o mediante el establecimiento de un procedimiento interno menos exhaustivo. La manera de establecer estos análisis no forma parte de los requisitos de la norma de referencia.

Para integrar este abordaje en el sistema de gestión, es clave realizar una revisión con la mirada del riesgo presente para los procesos prioritarios, o en etapas sucesivas pudiendo llegar a todos los procesos identificados en el mapa de procesos de la organización. A fin de identificar puntos débiles que puedan causar errores, equivocaciones o detectar oportunidades.

A continuación, se presenta un esquema, a modo de ejemplo, de las posibles etapas a realizar para una gestión de riesgos y oportunidades, marcando la importancia de la comunicación y consulta entre involucrados como eje central. La comunicación busca promover la toma de conciencia y la comprensión del riesgo, mientras que la consulta implica obtener retroalimentación e información para apoyar la toma de decisiones.

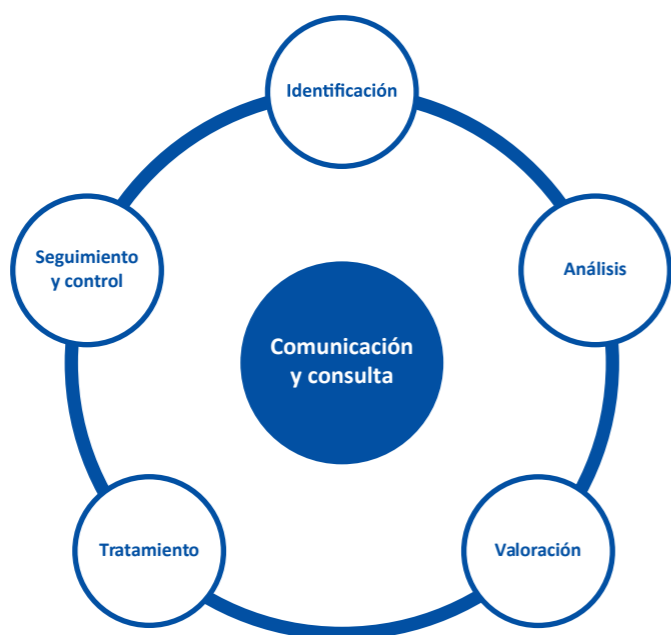


Fig. 18 Gestión de riesgos y oportunidades

La norma establece en el punto 8.5.2 que las actividades para abordar riesgos y oportunidades deben ser planificadas. Es recomendable que el laboratorio defina un mecanismo para realizar este abordaje, teniendo en cuenta que mínimamente debe incluir las actividades requeridas por la norma.

Existe disponible mucha información al respecto de manera más o menos exhaustiva, por lo que deberá el laboratorio decidir cuál aplicar.

Es fundamental acompañar cada paso de la metodología seleccionada con un adecuado registro, no sólo como evidencia de lo realizado, sino como documento de permanente consulta. El registro puede realizarse dentro de una matriz de riesgo o mediante registros separando partes del proceso.

A continuación, una breve descripción de los pasos a realizar para una gestión de riesgos acorde al diagrama antes presentado.

Para la instancia de identificación de riesgos es importante tener en cuenta el conocimiento previo de situaciones que han o que pueden llegar a entorpecer u obstaculizar el cumplimiento de un objetivo y/o estrategias definidas, la obtención de un resultado analítico, el cumplimiento de un requisito legal, organizacional o externo, y/o la satisfacción de los usuarios en los servicios brindados por el laboratorio.

De la misma manera puede realizarse la identificación de las oportunidades. La identificación de riesgos y oportunidades no debería ser realizada por una única

persona de manera inconulta a los participantes del proceso.

Para considerar:
Al tratarse de componentes subjetivos y de eventos futuros, cada laboratorio debe elegir qué representa para él cada rango o índice

En esta línea los siguientes métodos pueden resultar adecuados para lograr el involucramiento de todos:

- Reuniones o workshop con el equipo de trabajo.
- Lluvia de ideas
- Encuestas o entrevistas a los distintos participantes del equipo de trabajo.
- Diagramas Causa-efecto
- Diagramas espina de pescado

Los requisitos de la norma no pueden ser evaluados como posibles acciones, en ese caso estaríamos frente a un incumplimiento de requisito (no conformidad) y no frente a un riesgo.

Un riesgo responde a preguntas como: ¿Qué no quiero que pase? ¿Qué puede impactar en el cumplimiento de un objetivo?

Una vez identificado claramente con su contexto, ese riesgo puede requerir acciones que permitan minimizarlo o eliminarlo, para lo cual es necesario plantear alguna manera de evaluarlo bajo los parámetros de consecuencia (impacto) y probabilidad. Existe mucha información sobre definiciones de escala de graduación para diferentes niveles de consecuencia y probabilidad, así como cuadros de valoración del riesgo.

La clasificación o evaluación de los riesgos puede realizarse mediante escalas cualitativas (estableciendo rangos), cuantitativas (asignando un índice a cada elemento de estudio) o semi-cuantitativas (relacionando rangos e índices).

Los criterios de valoración tienen que ser establecidos antes de comenzar la evaluación o clasificación de los riesgos identificados, pero deben ser consistentes con la metodología de evaluación seleccionada. Los diferentes niveles de riesgo implican comparar los resultados del análisis con los criterios para así determinar si es necesario, un tratamiento.

A continuación se describen algunas metodologías que se pueden considerar para clasificar los riesgos.

Ejemplo de ESCALA CUALITATIVA en una matriz de 5x5:

Probabilidad:

- Cierto: probabilidad muy alta.
- Probable: probabilidad alta.
- Posible: probabilidad media.
- Improbable: probabilidad baja.
- Excepcional: sería especialmente raro que ocurriera.

Consecuencia:

- Catastrófico: pérdida de servicio, proceso o ensayo.
- Crítico: afección grave sobre el servicio, proceso o ensayo.
- Moderado: causarán problemas no significativos en el servicio, proceso o ensayo.
- Marginal: muy poca influencia sobre el servicio, proceso o ensayo.
- Despreciable: prácticamente ninguna influencia negativa sobre el servicio, proceso o ensayo.

La decisión en cuanto a la prioridad de los eventos será distinta en cada organización. En este tipo de diagramas, la clasificación suele establecerse por colores.

Es así que el diagrama que se obtendría sería:

	Despreciable	Marginal	Moderado	Crítico	Catastrófico
Cierto					
Probable					
Posible					
Improbable					
Excepcional					

Tabla 5: Ejemplo clasificación de los riesgos de manera cualitativa

Ejemplo de ESCALA CUANTITATIVA otorgando un índice (valor numérico) a la probabilidad y otro a la consecuencia:

Probabilidad:

- Índice de entre 1 y 4, donde 1 no es esperable que se materialice, aunque puede ser concebible y 4 algo que tenemos certeza que ocurrirá.

Consecuencia

- Índice de entre 1 y 4, donde 1 refiere al hecho de que no exista consecuencia alguna y 4 cuando las consecuencias sean significativas.

En este caso la clasificación viene dada por el índice total que representa el producto de los índices Probabilidad-Consecuencia. Es decisión de cada organización establecer los rangos de puntuación que considere prioritarios (mediante colores igualmente).

El siguiente diagrama refleja el ejemplo antes mencionado:

	1	2	3	4
1	1	2	3	4
2	2	4	6	8
3	3	6	9	12
4	4	8	12	16

Tabla 6: Ejemplo clasificación de los riesgos de manera cuantitativa

Una ESCALA SEMICUANTITATIVA corresponde a la combinación de los rangos e índices brindando más información y detalle en el análisis. En estas se puede relacionar directamente la probabilidad y la consecuencia del riesgo.

			Consecuencia				
			Muy bajo	Bajo	Medio	Alto	Muy alto
Probabilidad de ocurrencia	No ha ocurrido en el tipo de organización	A	I	I	I	II	III
	Ha ocurrido en el tipo de organización	B	I	I	II	III	IV
	Ha ocurrido alguna vez en nuestra organización	C	I	II	III	IV	IV
	Ha ocurrido una vez en el área	D	II	III	IV	IV	V
	Sucede varias veces en un año	E	III	IV	IV	V	V

Tabla 7: Ejemplo clasificación de los riesgos de manera semicuantitativa

Los criterios de niveles de consecuencia, los de probabilidad de ocurrencia, así como el nivel de riesgo que se desprende de la tabla son meramente orientativos. El nivel de riesgo resultante debe ser estudiado por cada laboratorio para los procesos que se planteen. Existe mucha bibliografía y cursos al respecto a los efectos de ahondar en la materia.

De acuerdo a la clasificación del riesgo obtenida y a partir del criterio de valoración definido, las acciones posteriores podrán ser:

- no hacer nada más;
- considerar opciones para el tratamiento del riesgo;
- realizar un análisis adicional para comprender mejor el riesgo;
- mantener los controles existentes;
- reconsiderar los objetivos

Esto puede llevar a planificar e implementar acciones que apunten a mitigar o eliminar el riesgo identificado. Tanto para los riesgos como para las oportunidades se debe tomar en consideración el impacto sobre la validez de los resultados, evaluando el no tomar acciones desproporcionadas frente a un riesgo mínimo. Por ejemplo, no tomar una acción que implique un costo elevado o una asignación de recursos desmedida, frente a un riesgo cuya evaluación determine que es bajo.

La evaluación de la eficacia de las acciones implementadas corresponde al seguimiento del riesgo identificado. Si la acción propuesta e implementada fue eficaz el nivel de riesgo en un nuevo análisis debería ser menor.

Para considerar:

Si eliminar un riesgo, aunque no sea prioritario, requiere de pocos recursos y puede hacerse de forma inmediata, actuaremos sobre él lo antes posible. Esto creará implicación con los miembros de la organización y se obtendrá rápidamente un escenario más seguro.

Los tratamientos del riesgo, a pesar de un cuidadoso diseño e implementación, pueden no producir los resultados esperados y pueden producir consecuencias no previstas las cuales deben ser tratadas.

Una revisión periódica y seguimiento continuo de todo el proceso de gestión del riesgo es recomendable, así como una planificación con responsabilidades claramente definidas de estas acciones.

Un tema importante para la realización de los procesos es contar con una buena planificación integrando el abordaje de riesgos y oportunidades, lo cual mejora las actividades enmarcadas en la gestión.

6. Mejora (Opción A) (Apartado 8.6)

En este apartado se establecen claramente los requisitos a cumplir, así como los procesos en los que pueden tomarse como base para la detección de oportunidades de mejora.

Si bien la norma no establece la necesidad de un procedimiento que establezca cómo debe llevarse a cabo, ni tampoco incluye la evaluación de la eficacia de las oportunidades implementadas, la implementación de estas acciones es algo a ser considerado.

Una vez más la revisión de los procesos es fuente de información para dar cumplimiento a los requisitos.

Puede ocurrir que una oportunidad no sea conveniente en un contexto actual, pero si en un mediano o largo plazo. Esto forma parte del análisis de viabilidad previo a establecer su implementación.

Las oportunidades de mejora pueden ser detectadas por personal del laboratorio, clientes o usuarios, auditores, proveedores, así como todo aquel que participe en algún punto de los procesos del laboratorio. La retroalimentación de los usuarios es un punto de consulta valioso para la mejora continua.

Llevar un control de las oportunidades de mejora implementadas puede ayudarnos a dar seguimiento y análisis a los avances de la mejora y su evolución a lo largo del tiempo. Para este control puede ser útil realizar un registro con la información y el estado de implementación de las acciones.

7. Acciones correctivas (Opción A) (Apartado 8.7)

Las acciones correctivas son necesarias para atacar la causa de una no conformidad, evitando que la misma ocurra nuevamente.

Los requisitos de este punto de la norma establecen el abordaje de las acciones correctivas en respuesta a una no conformidad.

Los incumplimientos (al igual que para el punto 7.10 de la norma) pueden ser de requisitos establecidos en la norma, de procedimientos propios o de acuerdos y/o contratos con clientes u otros usuarios.

Las no conformidades pueden ser detectadas, como en el caso de las oportunidades de mejora, por cualquier persona que intervenga en algún punto de los procesos del laboratorio.

Es requisito de la norma el registro de las no conformidades, sus causas, las acciones tomadas además de los resultados de éstas. Puede resultar útil tener en un solo registro estos requisitos de manera de dar cumplimiento a los puntos 8.7.1 y al 8.7.3, centralizando la información. En este registro además es conveniente establecer responsables y plazos para cada paso definido.

Existe un vínculo de los requisitos de este apartado con el de riesgos y oportunidades y la revisión permanente de éstos. Por ejemplo, en la revisión de no conformidades, ver que podría potencialmente ocurrir en un

proceso diferente al cual donde se detectó originalmente la no conformidad, y sobre el cual podría llegar a existir un impacto. En ese caso, esto puede ser una entrada en el registro asociado a la gestión de riesgos.

8. Auditorías internas (Opción A) (Apartado 8.8)

El objetivo de realizar auditorías internas es asegurar la conformidad continua del sistema de gestión con los requisitos establecidos, asegurando la implementación y mantenimiento eficaz del mismo.

Las auditorías representan una herramienta efectiva y confiable en apoyo de las políticas y controles de gestión, proporcionando información sobre la cual una organización puede actuar para mejorar su desempeño.

Para las mismas se tienen que considerar todos los elementos del SG incluyendo las actividades del laboratorio (ensayos y/o calibraciones, competencia técnica, imparcialidad entre otros).

Nuevamente la norma de referencia no establece como requisito contar con un procedimiento para la realización de auditorías internas, pero sí establece explícitamente en el punto 8.8.2 los requisitos para realizar auditorías internas y el contar con la generación de registros como evidencia objetiva de todo el proceso.



Las evidencias de planificación y presentación de informes son requisitos de la norma, lo que no está establecido son las frecuencias para ello. De todas maneras, el laboratorio tiene que establecer en su planificación una frecuencia tomando en consideración la importancia de las actividades de laboratorio involucradas, los cambios que afecten al laboratorio y los resultados de las auditorías previas.

Las auditorías internas pueden realizarse con personal propio de la organización, pero el mismo no debe formar parte del sector auditado.

Dado que en el caso de acreditación con el Organismo Uruguayo de Acreditación OUA , o con UKAS, se llevan a cabo auditorías externas de mantenimiento de la acreditación en forma anual hasta llegar al cuarto año en que se realiza la de renovación, (con otros Organismos puede ser que sea evaluación de mantenimiento cada dos años a norma completa), lo más común es que se mantenga también una frecuencia anual para las auditorías internas, tomando además en consideración que el informe de resultado de auditorías internas recientes, es un elemento de entrada para la Revisión por la Dirección.

Es posible también que se requieran auditorías adicionales de las ya definidas como consecuencia de alguna situación en particular. Estas instancias, serán evaluadas y determinadas por los responsables del laboratorio.

La norma ISO 19011 - Directrices para auditar sistemas de gestión, proporciona orientación para la realización de las auditorías internas.

9. Revisión por la dirección

(Opción A) (Apartado 8.9)

Es requisito de la norma que la Dirección realice una revisión periódica planificada de su Sistema de Gestión, como una herramienta sumamente importante para asegurar que el mismo es conveniente, adecuado y eficaz. Deben ser incluidas en dicha revisión, políticas y objetivos, establecidos para dar cumplimiento a los requisitos de la Norma ISO 17025.

A partir de la misma pueden surgir oportunidades de mejora en los distintos procesos, identificaciones de cambios a realizar, visualizar que hay procesos que ya no se realizan, establecer nuevos objetivos o cambiar algunos indicadores que se estaban siguiendo.

Constituye una oportunidad de análisis de todos los procesos del laboratorio con una mirada desde la dirección fundamental para la toma de decisiones.

El registro de la revisión por la dirección representa un resumen de cómo fue realizada la implementación (para el caso del primer año) o el seguimiento de las actividades definidas en la Norma como entradas (Punto 8.9.2.), así como también las decisiones y acciones que surjan de dicha revisión (Punto 8.9.3.).

Para dar cumplimiento a este punto, la Dirección puede realizar reuniones con el personal que lleva adelante el seguimiento del sistema de gestión y/o aquellas personas que la Dirección considere pertinente. Un acta de dicha reunión puede ser la evidencia documentada de la revisión por la Dirección.

Si bien es recomendable contar con al menos una revisión anual, no es necesario que sea realizada antes de la auditoría externa; puede ser realizada en instancias que coincidan con evaluaciones y/o revisiones propias de cada organización (por ejemplo: Memorias Anuales, evaluaciones de desempeño, entre otros). Esto puede resultar beneficioso para alinear objetivos y estrategias generales con el Sistema de Gestión.

VII. Anexos

1. Anexo I

Anexo correspondiente al capítulo III sección 2: Confidencialidad

Ejemplo de cláusula de confidencialidad

Fecha: dd/mm/aaaa

Cláusula de Confidencialidad

Por la presente, el **Sr/Sra-Empresa/Organización/Consultora** declara que, no revelará ninguna información proporcionada sobre el **Nombre Laboratorio (Razón social)**, tanto la pueda haber obtenido en ocasión de visita a las dependencias de la empresa, como también aquella que haya sido suministrada en cualquier momento y lugar, ni hará uso de dicha información para ningún fin ajeno al propósito estricto de la entrega de la misma, a menos que haya sido expresamente autorizada por **Nombre Laboratorio (Razón social)**.

Esto aplica a cualquier información, sea cual sea su naturaleza (técnica, comercial, financiera, operacional o de otro tipo), contenida en cualquier forma o soporte ya sea verbal, escrita, grabada o de cualquier tipo que pudiera ser facilitada por **Nombre Laboratorio (Razón social)**.

Ante la solicitud y según criterio del Laboratorio procederá a destruir o a devolver a/ al Nombre Laboratorio (Razón social), toda información confidencial, bien sea escrita, grabada, o en cualquier otro soporte que se pudiera encontrar recogida.

Firma por el Sr/Sra-Empresa/Organización/Consultora que declara estar de acuerdo con esta cláusula:

Firma

Nombre

Nº Documento de identidad.....

Empresa/ organización / Consultora

Fecha

Firma por el **Nombre Laboratorio (Razón social)**, quien recibe la cláusula.

Nombre.....

Nº Documento de identidad.....

Fecha:.....

2. Anexo II

Anexo correspondiente al capítulo V sección 3:
Instalaciones y condiciones ambientales

Equipo	Condiciones ambientales	Medidas a tomar	Controles	Observaciones
Condiciones Ambientales para el equipo: Espectrofotómetro de Absorción Atómica Marca XX – Modelo YYNNN	1- Lejos de equipos que generen campos magnéticos o eléctricos fuertes, ondas de alta frecuencia	Instalación por parte del proveedor de acuerdo a requisito del equipo.	Informe de calificación de instalación	(Si corresponde)
	2- Libre de vibraciones	Ubicado en mesada rígida	NA	(Si corresponde)
	3- Bien ventilado	Planificación de la ubicación a ser instalado	NA	(Si corresponde)
	4- Libre de polvo, humedad o gases corrosivos	Mantener el orden y la limpieza general del laboratorio. Mantener las muestras y reactivos tapados dentro del área de equipos.	Inspección visual	(Si corresponde)
	5- Protegido de la luz directa del sol	Ventanas con parasol en sala de instrumentos	Inspección Visual	(Si corresponde)
	6- Temperatura de trabajo 10°C-35°C, los cambios de temperatura de 1°C pueden hacer variar la absorbancia hasta en 0,010 Abs.	Aire acondicionado 20°C. Programar el muestreador automático para que ejecute el ajuste del cero durante el enjuague. En caso de medidas manuales ajustar el cero manualmente cuando sea necesario.	Control de estabilidad de línea de base en operaciones de Calificación Operacional	(Si corresponde)
	7- Humedad 45%-80% (para temperatura de más de 30°C humedad menor a 70%)	Evaluar control	Evaluar control	(Si corresponde)
	8- Requerimientos de energía 220V con una fluctuación de ±10%. Consumo eléctrico 230VA, frecuencia de la fuente 50/60 HZ, conexión 3P con salida a tierra.	Conexión a red eléctrica y a UPS para estabilización de voltaje y mantenimiento de servicio eléctrico.	NA	(Si corresponde)
	9- Sistema de ventilación de metal con un flujo de 600-1200m ³ /h, velocidades superiores pueden afectar la estabilidad de la llama	Encender la campana de extracción mientras se utiliza el equipo.	1- Controles de la extracción de la campana como a las campanas de extracción en la ficha de registro del equipo. 2- Ensayo de estabilidad de la Medida en Calificación operacional del equipo.	(Si corresponde)
	10- Instalaciones para gases del equipo: Acetileno de alta pureza (>98%): cañerías y regulador de doble etapa de acero inoxidable, presión a la entrada del equipo 0,9 Bar. Cañerías de Cobre para Aire (libre de humedad, polvo y aceite) presión a la entrada del equipo 3,5 Bar y óxido nítrico (pureza>98%) con reguladores de simple, presión a la entrada del equipo 3,5Bar.	Trampa de humedad y aceite en la línea de aire comprimido.	Certificados de Análisis de la empresa proveedora del gas.	(Si corresponde)

3. Anexo III

Anexo correspondiente al capítulo VI sección 2.2.2:
¿Qué se evalúa durante una validación?

Parámetros	Característica(s)	Tipo de método			
		Cualitativo	Cuantitativo		
	Normalizado		Modificado	Desarrollado por el laboratorio	
Especificidad/selectividad	Identificación de analito Interferencia de la matriz	X	-----	X	X
Linealidad	Rango lineal Intervalo de trabajo	-----	Sólo para métodos con curva de calibración	Sólo para métodos con curva de calibración	Sólo para métodos con curva de calibración
Sensibilidad	Pendiente	-----	Sólo para métodos con curva de calibración	Sólo para métodos con curva de calibración	Sólo para métodos con curva de calibración
Límites	Límite de detección	X	No aplica a componentes mayoritarios	No aplica a componentes mayoritarios	No aplica a componentes mayoritarios
	Límite de cuantificación	X	No aplica a componentes mayoritarios	No aplica a componentes mayoritarios	No aplica a componentes mayoritarios
Precisión	Repetibilidad	-----	X	X	X
	Precisión intermedia	-----	X	X	X
	Reproducibilidad	-----	X	X	X
Veracidad	Sesgo Recuperación	-----	X	X	X
Robustez		X		X	X
Aplicabilidad	-----	X	X	X	X

4. Anexo IV

Anexo correspondiente al capítulo VI sección 2.2.5:
Validación de métodos microbiológicos.

Ensayo de Ecotoxicidad aguda con semillas de lechuga (<i>Lactuca sativa</i>)				
Ensayo estandarizado AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, Standard Methods for the examination of water and wastewater. 23ed. APHA, AWWA, WPCF, 2017. Sección 8220, Aquatic Emergent plant.				
	Parámetro	Característica	Criterio de cumplimiento	Frecuencia
Validación	Límite de detección y cuantificación	NA	NA	NA
	Control negativo (blanco)	Ensayo con agua de dilución	% crecimiento > 85%	Cada vez que se analiza una muestra
	Precisión	Construcción Gráfico de Control de precisión Determinación de la precisión del método	Dispersión < 30%	Únicamente en validación
	Veracidad y % recuperación	Construcción Gráfico de Control de IC50 del toxico de referencia	Se establece media y gráfico de control con límites de advertencia ($\pm 2SD$) y límites de alarma ($\pm 3SD$)	Únicamente en validación
	Incertidumbre	Estimación de incertidumbre estándar del método a partir de los componentes de veracidad y precisión.	Incertidumbre < 30%	Únicamente en validación
Control de Calidad Analítico	Control negativo (Blanco)	Ensayo con agua de dilución	% crecimiento > 85%	Cada vez que se analiza una muestra
	Control Positivo (Toxico de referencia)	Calculo del IC50 del toxico de referencia	Estar dentro de los límites de aceptación del Gráfico de Control establecido en la validación	Mensualmente (Siempre que se analicen muestras)
	Control de precisión	Realizar 3 réplicas por tratamiento	Estar dentro de los límites de aceptación rango del Gráfico de Control de precisión establecido en la validación	Cada vez que se analiza una muestra

5. Anexo V

Anexo correspondiente al capítulo VI sección 9:
Trabajo no conforme.

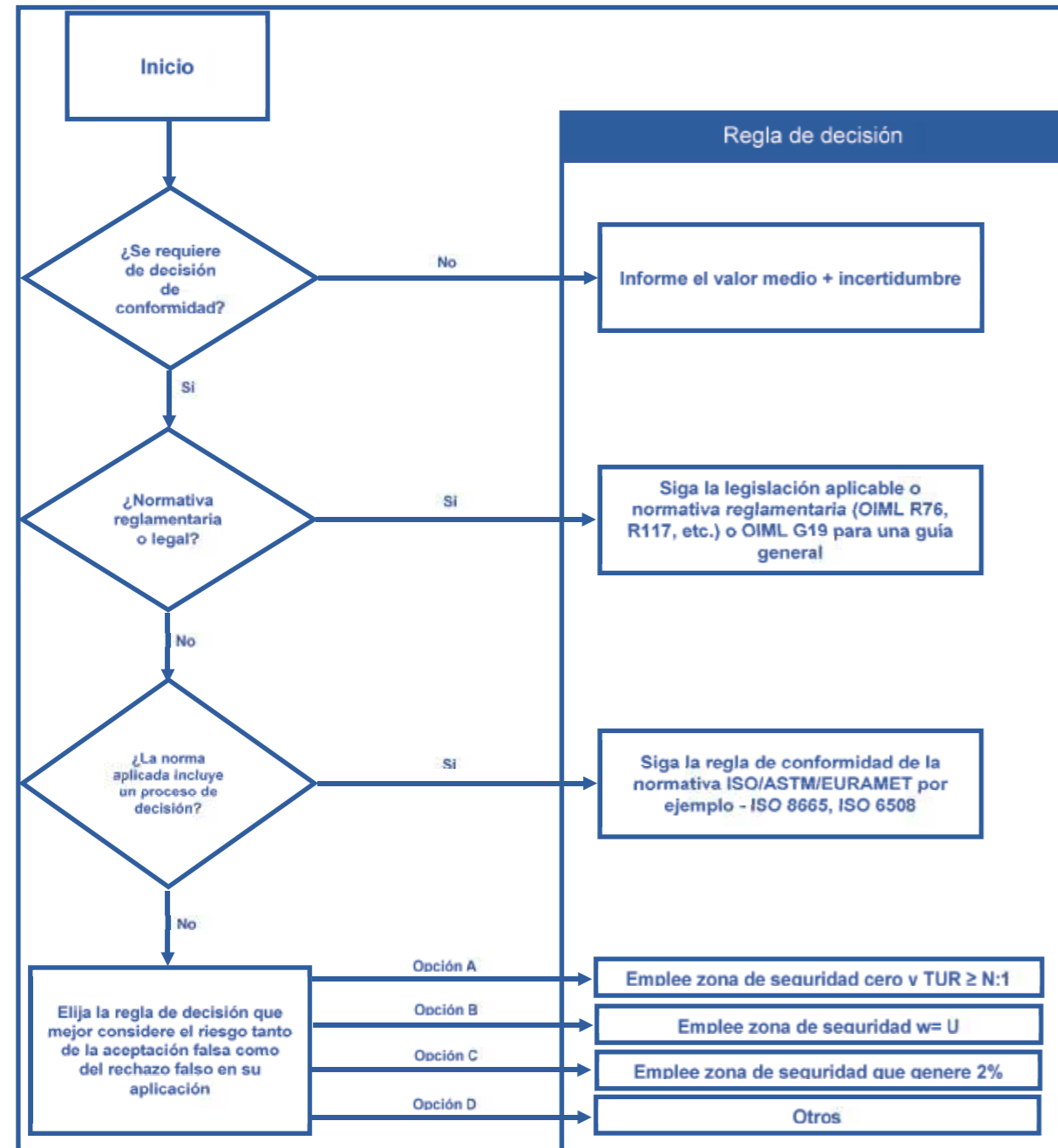
Checklist de análisis de "No conformidades".

Logo empresa	Trabajo no conforme						Codigo			
							XXXXX			
							Version	1		
Vigente	YY	ZZ	2021							
Número										
1. Información de los resultados fuera de especificaciones										
Fecha de análisis	Producto	Lote	Nro. De análisis	Analito	Técnica	Resultado	Especificaciones	Analista		
2. Análisis de los resultados fuera de especificaciones										
								SI	NO	
1. La muestra fue recibida en condiciones adecuadas acorde a la metodología analítica a utilizar										
2. Todos los instrumentos y equipos utilizados en el ensayo cumplen las especificaciones para el ensayo y están calibrados según el plan de calibración.										
3. Los estándares, solventes y reactivos utilizados son los apropiados y cumplen las especificaciones de control de calidad.										
4. Los cálculos utilizados para convertir los datos crudos en los resultados son los apropiados y se efectuaron correctamente.										
5. El analista conoce el método analítico y realiza el procedimiento correcto.										
6. El método de análisis funciona acorde a los estándares esperados basados en los datos de validación e historial de datos.										
3. Acciones										
3.1 Corrección	SI	NO	Fecha	Responsable						
Detalle de corrección aplicada										
Ensayo de confirmación		SI	NO	Fecha	Responsable					
Fecha análisis	Analito	Técnica	Resultado	Especificación	Analista					
Detalle										
4. Otros										
Las siguientes muestras fueron analizadas simultáneamente con las que mostraron resultados fuera de especificación:										
Fecha de análisis	Producto	Lote	Nro. De análisis	Analito	Método	Resultado	Analista			
5. Conclusiones										
Se determina que el resultado fuera de especificaciones es producto de un error del laboratorio:								SI	NO	
6. Observaciones										
7. Acciones asociadas										
No conformidad Nro.										
Acción correctiva Nro.										
Detención del trabajo		Aviso al cliente			Fecha					
REVISADO POR:					FECHA					
AUTORIZADO POR:					FECHA					

6. Anexo VI

Anexo correspondiente al capítulo VI sección 7.6: Información sobre declaraciones de conformidad.

Esquema de información sobre declaración de conformidad.



7. Anexo VII

Sitios web proveedores de MR

Proviene del Capítulo V apartado 4.2.4: Calibración

- BAM Federal Institute for Materials Research and Testing
Sustancias puras. Mezclas de gases para calibración procesos CG. Amplia gama de CRM ferrosos y no ferrosos junto con CRM medioambientales y CRM para materiales de ingeniería.
<https://www.bam.de/Navigation/DE/Home/home.html>
- CHEM SERVICE
MRC, patrones químicos para la calibración de técnicas analíticas, para la aplicación de los métodos EPA, etc.
<https://www.chemservice.com/>
- European Commission's Joint Research Centre (JRC)
Compuestos orgánicos puros. Disoluciones de metales. Derivados de aldehídos puros (-2,4-dinitrofenilhidrazona) en solución de acetonitrilo para calibraciones y sobre filtros de fibra de vidrio. Especies de Cr en filtro de fibra de vidrio. Compuestos aromáticos (BTX) en carbón activo, en Tenax. Hidrocarburos clorados en Tenax. Fibras de amianto en tejido pulmonar. Otros.
<https://crm.jrc.ec.europa.eu/e/92/Catalogue-price-list-pdf>
- Institute for Interlaboratory Studies
Materiales de referencia de solventes.
https://www.iisnl.com/reference_pagina.php
- International Atomic Energy Agency
Producen materiales de referencia certificados para la medición de radionucleidos, oligoelementos y contaminantes orgánicos.
<https://nucleus.iaea.org/sites/ReferenceMaterials/SitePages/Home.aspx>
- Laboratorio tecnológico del Uruguay (LATU)
MRC de pH, conductividad, elementos inorgánicos trazas en muestras ambientales, etanol en agua y gases.
<https://www.latu.org.uy/servicios-latu/servicios-metrologicos/materiales-de-referencia>
- LGC standards.
MRC para higiene industrial, para análisis ambiental, toxicológico, etc. Patrones inorgánicos.
<https://www.lgcstandards.com/UY/en/>
- National Association for Proficiency Testing
Servicios de Interlaboratorios, incluyendo los materiales de referencia.
<https://proficiency.org/Services>
- National Research Council Canada
Certified reference materials
<https://nrc.canada.ca/en/certifications-evaluations-standards/certified-reference-materials>
- NIST. National Institute of Standards and Technology.
Metales en filtro (12 o más elementos). Cuarzo en filtro. Otros
<https://www.nist.gov/>
- NPL. UK's National Metrology Institute
Patrones certificados. Patrones propiedades físicas (masa, temperatura, partículas, propiedades ópticas, radiofrecuencia, microondas, etc.). Mezclas de compuestos orgánicos volátiles (VOCs). Gases para calibración de monitores o analizadores. Otros.
<https://www.npl.co.uk/>
- SPEX CertiPrep
MRC inorgánicos y orgánicos.
<https://www.spex.com/>
- USGS - U.S. Geological Survey Geochemical Reference Materials
Materiales de referenciageológicos
<https://www.usgs.gov/>

Esta lista incluye proveedores con competencia demostrada a la fecha de la edición de esta guía.

VIII. Términos y definiciones

Para el presente trabajo, aplican los términos y definiciones considerados en:

- la Guía ISO/IEC 99:2007
- la norma ISO/IEC 17000:2020
- la norma UNIT-ISO 9000:2015
- la norma UNIT-ISO/IEC 17025:2017
- International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC).

Unión Internacional de Química Pura y Aplicada

IX. Páginas web de interés

A continuación se detallan algunas páginas web que son de utilidad a la hora de comenzar el proceso de acreditación.

- Agencia de protección ambiental de Estados Unidos (EPA).
<https://www.epa.gov/>
- American Association for Laboratory Accreditation (A2LA).
<https://a2la.org/about/>
- American Chemical Society (ACS).
<https://authoringservices.acs.org/en/>
- ANSI Webstore
<https://webstore.ansi.org/>
- ANSI National Accreditation Board (ANAB)
<https://anab.ansi.org/>
- Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT).
<https://www.abnt.org.br/>
- Association of official Agricultural Chemists (AOAC).
<https://www.aoac.org/>
- ASTM international.
<https://www.facebook.com/ASTMInternational/>
- Buró Internacional de Pesos y Medidas (BIMP).
<https://www.bipm.org/en/home>
- Center for Disease Control and Prevention (CDC).
<https://www.cdc.gov/>
- Centro Español de Metrología (CEM).
<https://www.cem.es/es>
- Centro Nacional de Metrología de México (CENAM).
<https://www.gob.mx/cenam/>
- Codex Alimentarius, Normas Internacionales de los alimentos.
<https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/home/es/?committee=CCEXEC>
- Cooperation on international traceability in Analytical Chemistry (CITAC).
<https://www.citac.cc/>
- Entidad Mexicana de Acreditación, a.c.
https://www.ema.org.mx/portal_v3/
- Entidad Nacional de Acreditación de España (ENAC).
<https://www.enac.es/web/enac/-quiere-acreditarse->
- EURACHEM.
<https://www.eurachem.org/>
- EUROLABA.
<https://www.eurolab.org/>

- European co-operation for Accreditation (EA).
<https://european-accreditation.org/>
- Instituto Nacional de Metrología, Calidad y Tecnología (INMETRO).
<https://www.gov.br/inmetro/pt-br>
- Institute for Interlaboratory Studies (IIS).
<https://www.iisnl.com>
- Instituto Argentino de Normalización (IRAM).
<https://iram.org.ar/>
- Instituto Uruguayo de Normas Técnicas (UNIT).
<https://www.unit.org.uy/>
- Inter-American Accreditation Cooperation (IAAC).
<https://www.iaac.org.mx/index.php/en/>
- International database of Proficiency Testing (PT) schemes.
<https://www.eptis.org/>
- International Organization for Standardization (ISO).
<https://www.iso.org/home.html>
- Laboratorio Tecnológico del Uruguay (LATU).
<https://www.latu.org.uy/>
- National Association for Proficiency Testing (NAPT).
<https://proficiency.org/>
- NCSL International (NSCL).
<https://ncsli.org/page/AB>
- Organismo Argentino de Acreditación (OAA).
<https://oaa.org.ar/>
- Organismo Frances de Acreditacion, (COFRAC).
<https://www.cofrac.fr/en/>
- Organismo Uruguayo de Acreditación (OUA).
www.organismouruguayodeacreditacion.org
- Organización Internacional de Normalización (ISO).
<https://www.iso.org/obp/ui/es/#home>
- Organización internacional para organismos de acreditación (ILAC).
<https://ilac.org/>
- Proficiency Testing for Accredited Calibration Laboratories and Dimensional Inspection Laboratories.
<https://www.hn-proficiency.com/>
- Rapid Microbiologic.
<https://www.rapidmicrobiology.com/>
- Servicio de acreditación de Reino Unido (UKAS).
<https://www.ukas.com/about-us/>
- The international Accreditation Forum.
<https://iaf.nu/en/home/>
- U.S. Food & Drug Administration (FDA).
<https://www.fda.gov/>
- Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC).
<https://iupac.org/>

X. Bibliografía referenciada

- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. (2017) Standard Methods for the examination of water and wastewater. 23ed. APHA, AWWA, WPCF, 2017. Sección 8220, Aquatic Emergent plant.
- Autores varios. (marzo 2009). Laboratorios Ambientales, Directrices para la Acreditación. Montevideo, Uruguay. https://www.dinama.gub.uy/rlau/documentos/Directrices_para_la_Acreditacion.pdf
- Bravo, P. P. (2021). Guía para la aplicación de UNE-EN ISO/IEC 17025:2017. AENOR Internacional, S.A.U.
- Comité Conjunto para las Guías en Metrología, (2012). Vocabulario internacional de metrología conceptos fundamentales y generales y términos asociados. VIM.
<https://www.cem.es/sites/default/files/vim-cem-2012web.pdf>
- Entidad Nacional de Acreditación. (Mayo, 2017). Criterios Específicos de Acreditación. Análisis microbiológico(Documento CEA-ENAC-20 Rev. 1). ENAC. Madrid, España.
<https://www.enac.es/documents/7020/5bdcf1e4-5598-4194-a076-125690f60654?version=3.0>
- Entidad Nacional de Acreditación. (Setiembre, 2013). Evaluación de la incertidumbre de medida en las calibraciones(Documento EA-4/02 M: 2021). ENAC. Madrid, España.
<https://www.enac.es/documents/7020/635abf3f-262a-4b3b-952f-10336cdfae9e?version=4.0>
- Eurochem. (2016). La Adecuación al Uso de los Métodos Analíticos. EuroLab España. España.
https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_ES.pdf
- Eurochem. (2021). Incertidumbre de medición derivada del muestreo. 1ª ed. Española 2021. EuroLab España. https://eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/UFS_2019_P2_ES.pdf
- Joint Committee for Guides in Metrology. (Setiembre, 2008). Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM). JCGM.
https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_100_2008_E.pdf/cb0ef43f-baa5-11cf-3f85-4dcd86f77bd6
- Las normas ISO. (2021). Secciones varias. Las normas ISO. Alburquerque, EEUU.
<https://www.lasnormasiso.com/>
- Metroquímica. (2021). Interpretación de la norma internacional UNIT-ISO/IEC 17025:2017. Metroquímica. Argentina.
- Organismo de Uruguayo de Acreditación. (2021). Reglamento general para acreditación de OEC(OUADOC002). OUA. Montevideo, Uruguay.
<https://www.organismouruguayodeacreditacion.org/OUADOC002%20Reglamento%20Gral%20de%20acredit%20OEC%20Rev%202018.pdf>
- Organismo de Uruguayo de Acreditación. (2021). Aranceles de Acreditación del OEC(OUADOC004). OUA. Montevideo, Uruguay. <https://www.organismouruguayodeacreditacion.org/OUADOC004%20Aranceles%20de%20OEC%20Rev%202027.pdf>
- Organismo de Uruguayo de Acreditación. (2021). Procedimiento de Acreditación para OEC (OUADOC009). OUA. Montevideo, Uruguay. https://www.organismouruguayodeacreditacion.org/Pagina_Principal.htm
- Organismo de Uruguayo de Acreditación. (2021). Trazabilidad(OUADOC016). OUA. Montevideo, Uruguay. <https://www.organismouruguayodeacreditacion.org/OUADOC016%20Trazabilidad%20Rev%202029..pdf>

- Organismo de Uruguay de Acreditación. (2017). Política y requisitos para la participación en ensayos de aptitud /comparaciones interlaboratorio / controles externos (OUADOC019). OUA. Montevideo, Uruguay. https://www.organismouruguayodeacreditacion.org/Pagina_Principal.htm
- Organismo de Uruguay de Acreditación. (2018). Actualización de la norma UNIT/ISO/IEC 17025: 2017. OUA. Montevideo, Uruguay.
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2015). Materiales de referencia. Selección de términos y definiciones (ISO/GUIDE 33:2015). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:guide:30:ed-3:v1:en>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2017). Guía para la preparación interna de materiales de referencia para el control de calidad (ISO/GUIDE 80:2014). <https://www.iso.org/obp/ui/es/#iso:std:iso:guide:80:ed-1:v1:en>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2012). Uncertainty of measurement — Part 4: Role of measurement uncertainty in conformity assessment (Guía ISO/IEC 98-4:2012). <https://www.iso.org/standard/50465.html>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2007). Vocabulario Internacional de Metrología. Conceptos fundamentales y generales y términos asociados (VIM). (Guía ISO/IEC 99:2007). <https://www.iso.org/standard/45324.html>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2021). Vidrio para laboratorio. Instrumentos volumétricos. Métodos para el ensayo de la capacidad y su uso(Norma ISO/IEC 4787:2021). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:4787:ed-3:v1:en>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2014). Water quality — Requirements for establishing performance characteristics of quantitative microbiological methods (ISO/GUIDE 13843:2017). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:13843:ed-1:v1:en>
- Organización Internacional de Normalización. (1994). Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method (Norma ISO 5725-3:1994). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:9001:ed-5:v1:es>
- Organización Internacional de Normalización. (2015).Sistemas de gestión de la calidad- Requisitos (Norma UNIT-ISO 9001:2015). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:9001:ed-5:v1:es>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2021). Microbiology of the food chain — Method validation (ISO/GUIDE 16140:2021). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:16140:-3:ed-1:v1:en>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2020). Evaluación de la conformidad — Vocabulario y principios generales(Norma ISO/IEC 17000:2020). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso-iec:17000:ed-2:v2:es:sec:6>
- Organización Internacional de Normalización. (2017). Evaluación de la conformidad – requisitos para los organismos de acreditación que realizan la acreditación de organismos de evaluación de la conformidad (Norma ISO/IEC 17011:2017). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso-iec:17011:ed-2:v1:es>
- Organización Internacional de Normalización. (2017). Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración (Norma UNIT-ISO/IEC 17025:2017). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso-iec:17025:ed-3:v2:es>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2016). Requisitos generales para la competencia de los productores de materiales de referencia (Norma ISO/IEC 17034:2016). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:17034:ed-1:v1:es>
- Organización Internacional de Normalización. (2010). Evaluación de la conformidad — Requisitos generales para los ensayos de aptitud (Norma UNIT-ISO/IEC 17043:2010). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso-iec:17043:ed-1:v1:es>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2014). Waterquality — Requirementsforthecomparison of therelativerecovery of microorganismsbytwoquantitativemethods(Norma ISO/IEC 17994:2014). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:17994:ed-2:v1:en>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2019).Directrices para la auditoría de los sistemas de gestión(Norma 19011:2018). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:19011:ed-3:v1:es>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2019). Microbiology of the food chain — Estimation of measurement uncertainty for quantitative determinations (Norma 19036:2019). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:28590:ed-1:v1:en>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2017). Sampling procedures for inspection by attributes — Introduction to the ISO 2859 series of standards for sampling for inspection by attributes (Norma 28590:2017). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:28590:ed-1:v1:en>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2018).Gestión del riesgo - Directrices(Norma ISO 31000:2018). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:31000:ed-2:v1:es>
- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2019).Gestión de riesgos. Técnicas de evaluación de riesgos(Normas ISO/IEC 31010:2019). <https://www.iso.org/standard/72140.html>
- Organización internacional para organismos de acreditación (ILAC). (2019). Guía para establecer reglas de decisión en la declaración de conformidad(Guía ILAC-G8:09/2019). ILAC. <https://www.enac.es/documents/7020/6687b5b1-5dbd-4b7a-8f01-e9ccd71ca202?version=1.0>
- Organización internacional para organismos de acreditación (ILAC). (2014).PolicyforParticipation in ProficiencyTestingActivities(Guía ILAC-P9:06/2014). ILAC. file:///C:/Users/VICTOR~1/BEL/AppData/Local/Temp/ILAC_P9_06_2014.pdf
- UNIT. (2019). Taller de adaptación a la norma UNIT/ISO/IEC 17025:2017. UNIT. Montevideo, Uruguay.
- United States Environmental Protection Agency. (2002). Guidance on Choosing a Sampling Design for Environmental Data Collection (Guide EPA QA/G-5S). <https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-06/documents/g5s-final.pdf>

XI. Bibliografía recomendada

- Organización Internacional de Normalización (ISO). (2007). Microbiology of food and animal feeding stuffs — General requirements and guidance for microbiological examinations (ISO 7218:2007). <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:7218:ed-3:v1:en>

