



FACULTAD DE INGENIERIA U.N.A.M.
DIVISION DE EDUCACION CONTINUA

CURSOS INSTITUCIONALES

CONTROL DE CALIDAD EN LABORATORIO

Del 05 al 09 de Septiembre de 2005

APUNTES GENERALES

CI - 215

Instructor: Ing. Fernando S. Gómez Martínez
SERVICIOS DE SALUD DEL DISTRITO FEDERAL

Palacio de Minería Calle de Tacuba 5 Primer piso Deleg. Cuauhtémoc 06000 México SEP. 2005
Teléfonos: 5512-8955 5512-5121 5521-7335 5521-1987 Fax 5510-0573 5521-4021 AL 25



FACULTAD DE INGENIERÍA UNAM
DIVISIÓN DE EDUCACIÓN CONTINUA

CURSOS INSTITUCIONALES

CONTROL DE CALIDAD EN LABORATORIO

Del 05 al 09 de Septiembre de 2005

APUNTES GENERALES

CI - 215

Instructor: Ing. Fernando S. Gómez Martínez
SERVICIOS DE SALUD DEL DISTRITO FEDERAL
SEPTIEMBRE DE 2005

Control de calidad en laboratorio



Palacio de Minería DECFI
Septiembre del 2005



Ing. Fernando Gómez

Contenido.

1. Percepción de la Calidad y Reglas Básicas.
2. Principios Básicos de Calidad.
3. ¿ Qué es un Manual de Calidad ?
4. Principios Básicos de Calidad en los laboratorios de análisis.
5. Calidad y propiedades analíticas.
6. Principales organismos suministradores de materiales de referencia
7. Preparación de materiales de referencia.
8. Conclusiones.

Percepción de la Calidad y Reglas Básicas.

No existe nada más difícil de emprender, más peligroso de dirigir o más incierto en su éxito, que encabezar la introducción de un nuevo orden de cosas, ya que el innovador tiene como enemigos a todos aquellos que han triunfado con las viejas condiciones, y como defensores tibios a quienes pueden triunfar bajo el nuevo orden de cosas.

Maquiavelo: El Príncipe

Cuando se puede medir de lo que se habla y se expresa en números, se sabe sobre aquello que se discute.

Pero cuando no se puede medir y expresarlo en números, el conocimiento resulta escaso y poco satisfactorio.

Lord Kelvin

Es un error capital teorizar antes de tener datos.

Sin darse cuenta, uno empieza a deformar los hechos para que se adapten a las teorías, en lugar de adaptar las teorías a los hechos.

Sherlock Holmes, Escándalo en Bohemia
Arthur Conan Doyle

Principios Básicos de Calidad.

¿ Que es la calidad ?

Según el organismo internacional ISO (International Standards Organization), la calidad se define con la totalidad de los rasgos y características de un producto, proceso o servicio que inciden en su capacidad de satisfacer necesidades reguladas o implícitas.

La calidad tiene y tendrá una consideración creciente en ámbitos sociales, científicos y tecnológicos.

Así definida, la calidad se fundamenta en 3 pilares

- Diseño y planificación de actividades.
 - Control de aquello que se ha diseñado y planificado con el fin de asegurar que se cumple adecuadamente.
 - Comprobación que el diseño, la planificación, y el control han sido correctos.
- Para mejorar y mantener la calidad de nuestros productos o servicios es necesario establecer un sistema de aseguramiento de calidad como una etapa inicial en el proceso de avance hacia la calidad total.

¿Qué se entiende por Sistema de Aseguramiento de Calidad?

El Sistema de Aseguramiento de Calidad incluye todas aquellas actividades planificadas y sistemáticas, equipos, los materiales, procesos, documentación y personal requeridos para que las tareas y operaciones se desarrollen asegurando calidad en sus resultados, disminuyendo al mínimo los efectos de posibles fuentes de error.

¿Cuál es la diferencia fundamental que existe entre Calidad y Aseguramiento de Calidad ?

La **calidad** es como un elemento estratégico para mejorar la gestión empresarial, satisfacer a sus clientes, desarrollar las relaciones con sus trabajadores y preservar el medio ambiente

En cambio el **aseguramiento de calidad** es proporcional a un aval fundamentado sobre la credibilidad de la información ó producto generado

Para el aseguramiento de la calidad se necesita la integración y el completo control de todos los elementos dentro de un área específica de operación para que ninguno esté subordinado a otro

Estos elementos abarcan aspectos tales como administración finanzas, ventas, comercialización, diseño, compras, producción, instalación contratación

Hay que tener claro que Aseguramiento de la Calidad .

- No es el control o la inspección de la calidad.
- No es una actividad de verificación minuciosa.
- No tiene la responsabilidad de las decisiones de ingeniería.
- No es un enorme productor de papeleo.
- No es una área de costos excesivos.

Cualidades del aseguramiento de la calidad.

El propósito final de cualquier programa de aseguramiento de calidad es garantizar la plena satisfacción del cliente con los productos o servicios proporcionados por el proveedor.

Para emprender un programa para el aseguramiento de la calidad y evaluar e informar las fallas en el mismo, es necesario que el departamento responsable tenga bases sobre las cuales trabajar

Estos procedimientos deben detallar que se requiere o se tiene que controlar, quien es el responsable de asegurar que se cumpla con lo requerido o que se realice el control, cuando, donde y posiblemente por que se controlan.

Las cualidades más importantes del aseguramiento de la calidad son :

- Es efectivo en cuanto a costos
- Es una ayuda para la productividad
- Es un medio de lograr hacer las cosas bien en la primera ocasión.
- Es buen sentido común administrativo, y, lo más importante
- Es la responsabilidad de todos.

¿ Qué es un Manual de Calidad ?

Es un documento que establece la política de calidad y describe el sistema de calidad de una organización, es decir, identifica las políticas y objetivos de la institución, las actividades funcionales y actividades específicas de calidad concebidas para alcanzar las metas de calidad deseadas para la operación del sistema

Esto puede relacionarse con las actividades de toda la organización o con una parte seleccionada de ella.

Por ejemplo, los requisitos especificados que dependen de la naturaleza de los productos o servicios, procesos, requisitos contractuales, regulaciones gubernamentales o de la organización misma.

- En el manual de calidad se describen, de una manera razonablemente sistemática, las medidas que por ejemplo un laboratorio empleará para ejecutar el programa de garantía de calidad Características de un Manual de Calidad.
- Un manual de calidad necesita ser flexible y adaptable a los cambios en los métodos, técnicas y personal.
- Las medidas y procedimientos escritos en el manual requieren atención constante y su cumplimiento incondicional en la aplicación diaria.
- Dependiendo de su propósito general , el manual puede tener una estructura relativamente simple, o una bastante compleja y detallada.

Tipos de manuales:

A.- Manual de calidad:
Documento que establece la política de calidad y describe el sistema de calidad de una organización

B.- Manual de gestión de calidad:
Documento que establece la política de calidad y describe el sistema de calidad de una organización cuyo uso es sólo interno.

C.- Manual de Aseguramiento de calidad:
Documento que establece la política de calidad y describe el sistema de calidad de una organización que puede ser usado para propósitos externos.

Propósitos de los manuales de calidad. Los manuales de calidad pueden ser usados por la organización para propósitos que incluyen :

- a - Comunicar la política, procedimientos y requisitos de la organización
- b - Implementar un sistema de calidad efectivo
- c - Entregar un control mejorado de las practicas y facilitar las actividades de aseguramiento
- d - Entregar bases documentadas para la auditoría de sistema de calidad
- e - Dar continuidad al sistema de calidad y sus requisitos durante circunstancias cambiantes
- f - Capacitar al personal en los requisitos del sistema de calidad y método de cumplimiento
- g - Presentar su sistema de calidad para propósitos externos, tales como demostrar el cumplimiento con ISO 9001, 9002 y 9003
- h - Demostrar el cumplimiento de sus sistemas de calidad con las normas de calidad requeridas en situaciones contractuales.

Proceso para preparar un Manual de Calidad.

Responsabilidades para la preparación.

Cuando se ha tomado la decisión de documentar un sistema de calidad en un Manual de Calidad, el proceso real debería comenzar con la asignación de la tarea de coordinación a un organismo competente delegado de la gerencia que puede ser una persona, o un grupo de personas de una o más organizaciones funcionales.

El organismo designado debería seguir los siguientes pasos:

- Enumerar las políticas, los objetivos y los procedimientos aplicables del sistema de calidad existente o desarrollar planes para ello
- Decidir cuales elementos del sistema de calidad se aplican según la norma de sistema de calidad seleccionada
- Obtener datos acerca del sistema de calidad de fuentes apropiadas, tales como los actuales usuarios
- Circular y evaluar cuestionarios sobre las prácticas existentes.
- Solicitar y obtener documentación de fuentes adicionales o referencias de las unidades operacionales.
- Determinar el formato y estructura para el manual proyectado
- Clasificar los documentos existentes de acuerdo con el formato y estructura proyectados
- Usar cualquier otro método apropiado dentro de la organización para completar el proyecto de Manual de Calidad

Estos pasos se recomiendan en especial para casos en que recién se está documentado un Manual de Calidad.

Propuesta de contenido de un Manual de Calidad para Laboratorios de Medición, Ensayo y Análisis.

A.- El título del documento, nombre y dirección del laboratorio.
 B.- Identificación del estado de revisión del manual de calidad, las fechas de edición y aprobación, número de copias, sus propietarios y la forma de distribución (copia controlada o no controlada).
 C.- Tabla de contenidos/ índice.
 D - Política de calidad y objetivos del laboratorio.
 E.- Definiciones/ Terminología.
 F.- Descripción del laboratorio, responsabilidades y autoridad.
 G.- Sistema de calidad
 H - Registros.

I.- Manejo de muestras u objetos a ser ensayados
 J.- Métodos y procedimientos de ensayo.
 K - Equipos de medición y ensayo.
 L - Informes de ensayo/ Documentos de ensayo
 M.- Verificación de resultados.
 N.- Instalaciones y condiciones ambientales
 Ñ.- Diagnóstico y acciones correctivas
 O - Auditoría interna del sistema de calidad.
 P - Personal.
 Q.- Subcontrataciones.
 R.- Cooperación entre laboratorios, organismos de acreditación, organismos de normalización, clientes

Desarrollo del procedimientos para el Manual

- Revisar la práctica actual
- Analizar la práctica actual.
- Elaborar un borrador del procedimiento.
- Distribuir el borrador para recibir comentarios.
- Revisar los comentarios.
- Revisar y entregar el procedimiento para su aceptación.
- Obtener la aprobación
- Entregarlo para su uso.
- Ponerlo en práctica.
- Supervisar y revisar

No se debe incluir en un procedimiento cualquier instrucción cuyo cumplimiento no siempre pueda garantizarse y, dentro de lo razonable, debe permitirse cierta flexibilidad

El proceso de Aprobación, Edición y Control del Manual de Calidad

1.- Enfoque y revisión final.

La revisión final debe ser realizada por personas responsables de asegurar la:

- ✓Clardad
- ✓Exactitud
- ✓Condición adecuada.
- ✓Estructura apropiada
- ✓Evaluación por parte de futuros usuarios (capacidad de uso)
- ✓Autorización de la gerencia o dirección ejecutiva para el lanzamiento

2.- Distribución del Manual.

Asegurar que todos los usuarios tengan el acceso apropiado (que puede ser total o parcial) La gerencia o dirección ejecutiva debería asegurar esto

3.- Incorporación de cambios.

Debe darse un método para:

- ✓El desarrollo.
- ✓El control , y
- ✓La incorporación de modificaciones al manual de calidad

El mismo proceso de revisión y aprobación usado en el desarrollo del manual básico debería aplicarse cuando se efectúen modificaciones.

4.- Control de edición y de modificaciones.

- ✓Contenido autorizado del manual fácilmente identificable.
- ✓Método para asegurar la recepción de los cambios.
- ✓Usar Tabla de contenidos o página separada para asegurar al usuario que tiene el contenido del manual autorizado.

Jerarquía típica de los documentos del sistema de calidad.

Manual de Calidad ó Procedimientos del sistema de calidad o Documentos de Calidad (formularios informes, instrucciones de trabajo).

Un Manual de Calidad puede.

- a -Ser una recopilación directa de procedimientos del sistema de calidad
- b -Ser un grupo o sección de los procedimientos del sistema de calidad
- c -Ser una serie de procedimientos para instalaciones o aplicaciones específicas
- d -Ser más de un documento o nivel
- e.-Tener un alma común con apéndices elaborados
- f -Soportarse sólo o de otra forma.
- g.-Tener numerosas posibles derivaciones basadas en las necesidades de la organización.

Discusión.

- Manual y procedimiento para realizar el cambio de una llanta pinchada.



- ¿Cómo y en que momento sé que la llanta ya ha sido cambiada a satisfacción?

Principios básicos de calidad en los laboratorios de análisis.

Está internacionalmente aceptado que un laboratorio de análisis debe tener como uno de sus principales objetivos la producción de datos de alta calidad, a través del uso de medidas analíticas que sean exactas, confiables y adecuadas para el pronóstico propuesto.

Este objetivo se alcanza de manera eficiente mediante un sistema de calidad planificado y documentado. Así por ejemplo, la Química Analítica es una ciencia metrológica cuya misión fundamental es la generación de información cualitativa, cuantitativa y estructural sobre cualquier tipo de materia, sistema o proceso

En relación con el laboratorio analítico existen conceptos de calidad que están relacionados entre sí.

La calidad externa, que depende de la calidad interna y cuyo nivel de exigencia dependerá de lo que se imponga para la externa, es aquella referida a los productos o sistemas que son los objetivos del ente público o privado del cual depende el laboratorio

La calidad interna del laboratorio analítico se refiere a dos conceptos que son por un lado la calidad de trabajo que se realiza y por otro la calidad de los resultados que se generan.

Esta característica es la más utilizada para definir la calidad de los laboratorios analíticos.

Un sistema analítico es definido como una cadena de información que va desde el conocimiento del material que se analiza hasta la interpretación de los resultados obtenidos.

En cualquier momento del análisis se pueden cometer errores muy significativos.

Para prevenir dichos errores es importante identificar los puntos críticos y controlarlos paso a paso a lo largo de todas las etapas del proceso analítico

Este sistema o proceso analítico puede considerarse dividido en tres etapas:

(a) Operaciones previas (muestreo, acondicionamiento, disolución, separaciones, reacciones analíticas),

(b) Medición y traducción de la señal analítica, es decir, el uso de un instrumento que genera la información,

(c) Toma y tratamiento de datos.

La calidad de los resultados, que es el aspecto más importante, depende de la calidad de las diferentes etapas del proceso analítico y todas ellas son igualmente importantes en la calidad final de los resultados. Un error frecuente es creer que una excelente instrumentación no garantiza una buena calidad de los resultados.

• **Evaluación de datos.** Es necesario evaluar la calidad de los datos obtenidos

BUEN DATO es aquel que tiene las siguientes características: es **completo** (objetivo), es **relevante** (caso específico) y es **válido** (contexto específico)

Completo:

Fuente del dato, tamaño de la muestra, especies estudiadas, estatus inmunitario

Características relevantes del dato (fecha de realizado, región o país, propósito del estudio, sensibilidad y especificidad de las pruebas diagnósticas, método de recolección de los datos, etc.)

Válido:

Estudios en concordancia con otros, en términos de metodologías similares y desarrollo de técnicas

Estudio basado en sólidas evidencias científicas

Calidad y propiedades analíticas.

Las propiedades analíticas pueden considerarse divididas en tres grupos según su importancia relativa

✓ Las denominadas **fundamentales** como exactitud y representatividad,

✓ Las **básicas** como precisión, sensibilidad y selectividad, y

✓ Las **complementarias** como rapidez, costo, grado de participación humana (automatización), robustez-transferibilidad, seguridad del personal, y otras

La calidad del los resultados está definida por dos propiedades básicas:

➤ La **exactitud** que es el grado de concordancia entre el resultado obtenido experimental y el verdadero valor o valor garantizado al máximo; y

➤ La **representatividad** que puede definirse como el grado de concordancia entre la muestra tomada y la definición del problema analítico a resolver

La **exactitud** debe ir acompañada de un nivel adecuado de precisión, que es el grado de concordancia entre un resultado y un conjunto de ellos, obtenidos aplicando el mismo procedimiento analítico a la misma muestra en condiciones idénticas o muy distintas. No obstante puede darse la paradoja que un proceso analítico sea exacto y no preciso

Por otra parte no podrá alcanzarse el verdadero valor sino se garantiza la ausencia de todo tipo de interferencias y sin que se alcance el nivel de sensibilidad adecuado a la concentración de los analitos.

La **representatividad** se basa en un muestreo adecuado fundamentado en una buena definición de los objetivos, la existencia de un plan de muestreo y un control estadístico "ad hoc"

En resumen, la exactitud y la representatividad respecto al problema analítico son las propiedades analíticas definitorias de la calidad de los resultados y en definitiva de la calidad de los laboratorios analíticos

Materiales de referencia.

Un Material de Referencia es un material o sustancia que tiene una o varias de sus propiedades suficientemente bien establecidas que permiten su uso para

➤ Calibrar un aparato o instrumento
 ➤ Calibrar su método analítico
 ➤ Asignar valores a un material o sistema

Los Materiales de Referencia, tienen una gran importancia ya que son un componente clave de todo programa de calidad

En el campo de la Medición Analítica se recurre a materiales de referencia para garantizar la exactitud y ajustarse a un sistema válido de medidas

Hay muchos autores que señalan que una buena exactitud es una premisa básica de todo análisis, porque es la concordancia entre el resultado de una medida y el valor verdadero de la cantidad que se ha medido

Según algunos autores existen tres caminos para conseguir la exactitud en métodos analíticos

- > Por comparación con otro método que se considera como referencia
- > Por comparación con otros laboratorios (ejercicios de intercomparación).
- > Empleo de materiales de referencia certificados

Los materiales de referencia pueden ser gases, líquidos o sólidos, puros o en mezclas, pudiendo ser simples objetos manufacturados, donde éstos posibilitan la transferencia de los valores medidos o cantidades tituladas entre un lugar (laboratorio, país) y otros, por lo tanto su función es la armonización de resultados, ofreciendo a todos los usuarios una base para obtener medidas exactas.

Para que no exista la ambigüedad cuando se trate de materiales referencia se han consagrado algunos términos prácticos, los cuales son.

- > MATERIAL DE REFERENCIA INTERNO ("Internal Reference Material" IRM): Es todo material preparado por un laboratorio para su exclusivo uso interno
- > MATERIAL DE REFERENCIA EXTERNO ("External Reference Material" ERM) Es el suministrado por un laboratorio ajeno al del propio usuario
- > MATERIAL DE REFERENCIA ESTANDAR ("Standard Reference Material" SRM) Es aquel material de referencia certificado por National Institute of Standards and Technology (NIST) de U.S.A., esto es, el antiguo National Bureau of Standards (NBS), el Bureau of Certified Reference Materials (BCRM) de la Comunidad Europea, Bélgica, y otros

Requisitos de los materiales de referencia.

Los requisitos que debe satisfacer un Material de Referencia para poder comercializarse se pueden agrupar en 2 categorías

- a) Requisitos Básicos (imprescindible)
- b) Requisitos Adicionales (son deseables y pueden satisfacerse en cierto grado)

- a) Son requisitos Basicos
 - *Homogeneidad
 - *Estabilidad
 - *Exactitud
 - *Trazabilidad
- b) Son requisitos Adicionales:
 - *Similitud con la matriz de las muestras
 - *Precision

Requisitos básicos.

Homogeneidad . Se refiere a que para un mismo material, no existan diferencias en el valor certificado ni en la matriz, o entre y/o dentro de diferentes frascos, ampollas, etc. En rigor, este requisito básico sólo se cumple para las sustancias de referencia ultrapuras, por lo que en los demás casos hay que admitir un cierto grado de falta de homogeneidad, pero la exactitud de los valores certificados debe indicar este hecho.

Si el material combina diversos componentes de distinta densidad y forma (sedimentos o suelos) existe el riesgo de deshomogenización a causa de procesos de segregación. El fabricante debe avisar de este peligro y proponer procedimientos para la rehomogenización.

Además, es preciso reconocer que para los fabricantes de materiales de referencia las dificultades para satisfacer los requisitos de homogeneidad son cada vez mayores, teniendo en cuenta que cada día los análisis requieren menor cantidad de muestra (es más difícil) y, al mismo tiempo, el número de componentes a ensayar aumenta.

Estabilidad :

El material preparado debe ser estable en el tiempo, (se debe incluir la fecha de caducidad, si procede) así como permitir ser transportado.

El cliente debe conocer durante cuanto tiempo permanece estable desde su recepción y desde que se abre el recipiente.

La estabilidad se extiende a los parámetros certificados y a la matriz.

Exactitud y trazabilidad Los materiales de referencia certificados se usan para verificar los resultados analíticos o para calibrar instrumentos. Para ambas aplicaciones la exactitud y la trazabilidad de valores certificados son exigencias básicas. Dichos valores deben dar la mejor aproximación al valor verdadero, de ahí que los métodos empleados para la certificación serán aquellos que proporcionen la mayor exactitud posible.

La trazabilidad con las unidades fundamentales significa que la unidad de medida puede ser relacionada con las unidades internacionales y que los valores medidos se relacionan correctamente con aquella unidad.

Por ejemplo en Química Analítica el calibrado de masas y volúmenes es extremadamente importante. Es fundamental, por ejemplo, asegurar que el kilogramo de referencia es idéntico con el internacional. La exactitud de las pipetas calibradas matnces, etc., requiere de especiales precauciones que eviten posibles errores.

Siempre que sea posible se trabajará sobre la base de pesos en vez de volúmenes.

Hay que reconocer que los requisitos de trazabilidad y exactitud de los valores certificados en materiales de referencia están íntimamente unidos. La trazabilidad no tiene sentido si no se persigue la exactitud del valor que se certifica.

Similitud con la muestra real.

Si el material de referencia se usa para comprobar la exactitud de un procedimiento analítico o para llevar a cabo el calibrado, la matriz del material de referencia debe ser tan parecida como sea posible a la de las muestras a analizar.

La preparación de un material de referencia presenta con frecuencia el problema de que la matriz introduce riesgos de falta de estabilidad y homogeneidad del material.

Así, este requisito de semejanza de matriz es fácil de cumplir para análisis de metales o minerales, pero mucho más complicado en el caso de muestras ambientales (contaminación), alimentos o biológicas.

Precisión.

Cualquier valor certificado va acompañado del grado de incertidumbre inherente al mismo.

Dicha incertidumbre ha de ser tan pequeña como sea posible, para lo cual, en el proceso de certificación, debe emplearse un gran número de resultados obtenidos por diferentes procedimientos analíticos.

Empleo de materiales de referencia.

En primer lugar, hay que tener claro los requisitos que deben satisfacer estos materiales y las etapas para su preparación, ya que son materiales caros, de alta calidad y que no se usarán normalmente en forma rutinaria para el control de calidad.

Su uso se restringe a aquellos casos en que se quiere contrastar la exactitud de los resultados generados por el laboratorio, la bondad de un determinado método analítico, para calibrar instrumentos y aparatos, demostrar la equivalencia entre métodos, o detectar errores en la aplicación de métodos estandarizados.

En definitiva, su único objetivo es evaluar si un sistema de medida se encuentra bajo control estadístico. En el análisis rutinario se puede recurrir a materiales de referencia internos, preparados por el propio laboratorio, a partir de materiales de referencia certificados.

Conviene subrayar, en este contexto, que los resultados generados por un laboratorio sólo pueden ser exactos y comparables con los de otros laboratorios si satisfacen el concepto de trazabilidad

Esto sólo se consigue por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones que conecten el proceso de medida con unidades de referencia fundamentales

En la casi totalidad de los análisis químicos, la cadena se rompe porque la muestra es destruida físicamente a través de los procesos de disolución, calcinación, etc Para asegurar una perfecta trazabilidad es necesario demostrar que no existen pérdidas o contaminación en el manejo físico de todos los instrumentos de medida

Para el analista la forma en que la curva de calibrado es obtenida para una determinación concreta es de primordial importancia, así como las condiciones de tratamiento de la muestra La única posibilidad para un laboratorio de asegurar la trazabilidad de una manera sencilla es verificar el proceso analítico por medio de los materiales de referencia certificados tipo matriz

Si el laboratorio aplica su proceso de análisis con estos materiales y no obtiene resultados concordantes con aquellos certificados en el material, se tiene la seguridad de que dicho proceso está sometido a errores sistemáticos que deben corregirse

La correcta manipulación y conservación de los materiales de referencia, especialmente cuando han sido abiertos, es de especial

Las precauciones para su conservación dependerán del tipo de material, pero como normas generales deben conservarse a bajas temperatura, en un ambiente seco, o en ocasiones, en cámaras de atmosfera inerte y/o protegidos de la luz

Durante su uso, se debe preservarlos de la contaminación, manteniendo el recipiente abierto el tiempo estrictamente necesario para tomar dicho material Nunca se devuelve el exceso tomado al recipiente que contiene al material de referencia

**Principales organismos
suministradores de materiales
de referencia.**

Los principales organismos suministradores de materiales de referencia a nivel internacional son

- > National Institute of Standards and Technology (NIST),
- > Community Bureau of Reference (BCR)
- > Laboratory of the Government Chemist (LGC)
- > Laboratoire National d'Essais (LNE)

Existen, evidentemente, muchos más Algunos son de ámbito restringido Una recopilación de todos ellos con su dirección postal puede encontrarse en el Directorio de Materiales de Referencia Certificados publicado por el international Organization for Standardization (ISO)

En dicho Directorio aparecen también reseñados un buen número de materiales de referencia certificados clasificados por campos de aplicación (Geología, Química-Física, Contaminación, etc)

NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY (NIST).

Es la nueva denominación (desde 1988) del antiguo "National Bureau of Standards" (NBS), de reconocido prestigio internacional y cuyo nacimiento en los Estados Unidos se remonta a 1901. Esta organización prepara y comercializa materiales de referencia desde 1906, pero además también promueve y participa en otras actividades relacionadas con el control de calidad.

Los materiales de referencia comercializados por este organismo son conocidos como Standard Reference Materials (SRMs), de los que existen aproximadamente un millar en su amplio catálogo, que divide en tres grandes bloques los materiales, para composiciones químicas, para propiedades físicas y materiales de ingeniería.

NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY (NIST).

El NIST ofrece además otros servicios, fundamentalmente en el ámbito de los Estados Unidos, tales como:

- > Calibrado de estándares, instrumentos y ciertos programas interlaboratorio
- > Actúa como oficina de pesos y medidas.
- > Programas de pericia.
- > Actúa como organismo acreditador a través del National Voluntary Laboratory Accreditation Program (NVLAP).
- > Es el Centro Nacional para Estándares y Certificación (NCSL) en EE.UU

COMMUNITY BUREAU OF REFERENCE (BCR).

Es la Oficina Comunitaria de Referencia de la Comunidad Económica Europea, que fue creada en 1973 para servir de soporte técnico y colaboración entre laboratorios de los países miembros de la CEE, promoviendo la exactitud y armonización de las medidas que generan

Una de sus principales actividades, hasta la fecha, ha consistido en la preparación de estos materiales de referencia certificados. En la preparación de estos materiales (que se seleccionan en función de las demandas o necesidades en el ámbito de los países de la CEE), participan laboratorios de reconocido prestigio de los países miembro

En el ámbito europeo, otros organismos nacionales como el "Laboratoire National d'Essais" de Francia (fundado en 1901) o el "Laboratory of the Government Chemist" de Gran Bretaña (fundado en 1842 y que comercializa materiales desde 1971), disponen también de amplios catálogos a los que se puede recurrir

EL BANCO DE DATOS "COMAR".

Se trata de una base de datos computanzada, ideada y desarrollada inicialmente por el "Laboratoire National d'Essais" (LNE) de Francia en colaboración con BAM (Alemania) y LGC (Gran Bretaña) para registrar el mayor número posible de materiales de referencia.

A cada material se le asigna un código y sus características básicas, de manera que fácilmente puedan seleccionarse en función de las necesidades del usuario. Actualmente cuenta con unos 4000 materiales codificados e introducidos en esta base de datos, pero este número crece rápidamente como consecuencia del Memorandum de Acuerdo con NIST (Estados Unidos), VNIMSO (Ex Union Soviética), ITIII (Japón) y NRCCRM (China).

El código, que caracteriza a cada material, fue presentado y aceptado por el Comité de Normas ISO para Materiales de Referencia (ISO-Remco), y es el que aparece en su Directorio de Materiales de Referencia Certificados aludido anteriormente

EL BANCO DE DATOS "COMAR".

El contenido de cada uno de los registros de la base de datos COMAR es el siguiente

- Nombre del material y código
- Ámbito de aplicación según 8 categorías, cada una de las cuales está subdividida en 10 grupos.
- Propiedades certificadas y orientativas
- Forma física y país de origen.
- Productor, con su dirección postal, teléfono y fax y persona a quién contactar.
- Referencias del productor y comentarios.

Preparación de materiales de referencia.

Existen etapas concretas a seguir para la preparación de una matenal de referencia, la complejidad de lo cual depende del material

a) Selección y preparación del matenal

Lo primero es seleccionar el tipo de matenal o matenales que van a servir de base para la preparación para el matenal de referencia, luego la preparación se ejecutará en función de las exigencias de máxima estabilidad y homogeneidad El matenal empleado en la manipulación de estos matenales no debe contener elementos y matenales que sean comunes con los elementos que se van a certificar Debe prepararse una única y gran masa de matenal (batch), de la cual se tomará para llenar la ampollas, frascos, etc , en que se preparen en el laboratono

En aquellos casos, en que se preparen en el laboratono matenales de referencia a partir de matenales sintéticos, ha de vigilarse ngurosamente la pureza de los ingredientes

b) Estudios de Homogeneidad y Estabilidad

Para gases y líquidos es fácil conseguir la homogeneidad, pero es difícil alcanzar estabilidad La elección de los recipientes y condiciones de almacenamiento se convierten en factores importantes para asegurar estabilidad En el caso de matenales sólidos conseguir homogeneidad presentan mayores dificultades

Durante la preparación no debe alterarse la composición evitando tanto su contaminación como la posible pérdida de elementos de traza

Los estudios de homogeneidad y estabilidad se llevan a cabo empleando técnicas caracterizadas por su buena reproducibilidad El instrumento debe ser calibrado cuidadosamente antes de cada análisis, los cuales se repiten normalmente cada semana durante cortos períodos de tiempo (por ejemplo 3 meses) o en su tiempo mayor (1 a 2 años)

Los resultados no deben presentar vanaciones e idealmente una repetitividad menor que la habitual en el trabajo de rutina

Buenas practicas de laboratorio (bpl).

BPL es un set de reglas, de procedimientos operacionales, y prácticas establecidas y promulgadas por determinados organismos como la Organization for Economic Cooperation and Development (OCDE), o la Food and Drug Administration (FDA) de los Estados Unidos que se consideran de obligado cumplimiento para asegurar la calidad e integridad de los datos producidos en determinados tipos de investigaciones o estudios.

Esto surge debido a que a fines de los años 1960 las agencias reguladoras encontraron grandes discrepancias en los datos dirigidos a ellas por distintos laboratorios

Efectivamente, había caso de laboratorios que no operaban con protocolos y la información sólo estaba en forma oral, con reportes que eran incompletos y no contaban con documentos de procedimientos estandarizados.

Era necesario entonces realizar un mejor trabajo, tanto en el manejo y desarrollo de estudios e informes como en los reportes de los laboratorios

Las BPL abarcan todos los eslabones de un estudio o investigación, y para ello se precisa que previamente se haya establecido un Plan de Garantía de la Calidad

Para cubrir la duración de todo el estudio se establece "un sistema planificado de actividades", cuyo diseño o finalidad es asegurar que el Plan de Garantía se cumple.

Se incluyen las dos definiciones más usuales de BPL.

OCDE: "Las BPL es todo lo relacionado con el proceso de organización y las condiciones técnicas bajo las cuales los estudios de laboratorio se han planificado, realizado, controlado, registrado e informado"

AOAC: "Las BPL son un conjunto de reglas, procedimientos operativos y prácticos establecidas por una determinada organización para asegurar la calidad y la rectitud de los resultados generados por un laboratorio"

Las normas BPL constituyen, en esencia, una filosofía de trabajo, son un sistema de organización de todo lo que de alguna forma interviene en la realización de un estudio o procedimiento encaminado a la investigación de todo producto químico o biológico que pueda tener impacto sobre la especie humana. Las normas inciden en cómo debe trabajar a lo largo de todo el estudio, desde su diseño hasta el archivo

Principales aspectos cubiertos por las BPL (según las descripciones de Goldman)

1 -Facilidades Adecuadas. Desde el punto de vista del trabajo, para que éste pueda ser realizado por los trabajadores en forma segura y apropiada. Se debe contar con suficientes salas, para que el personal trabaje sin limitaciones de espacio. El propósito y el tipo de producto a analizar deben ser considerados en el diseño de un laboratorio

2- Personal Calificado. Es importante contar con personal calificado. Esto es una decisión de manejo basada en trabajo de calidad

3- Equipamientos Mantenidos y Calibrados. Emplear equipos mantenidos y calibrados de manera apropiada, con registros de los mantenimientos

4.- Procedimientos Estándares de Operación (SOPs) Procedimientos operacionales estándares escritos. Ellos aseguran que cada operador obedezca a un único procedimiento al mismo tiempo, porque no es lo mismo dar indicaciones en forma oral, o decir que se sigan indicaciones que aparecen en alguna literatura, donde muchas veces la traducción no es la más adecuada. Lo mejor es seguir instrucciones que están establecidas por escrito.

Es importante que esta práctica se observe tanto para las operaciones de muestreo como para las del procedimiento analítico, porque es una manera de asegurar que la muestra, y la conservación están en condiciones para el análisis. Se debe considerar que sólo lo que está escrito existe.

A continuación se mencionan algunos procedimientos estándar de operación que hacen referencia a tópicos estudiados anteriormente.

- ✓ Se debe poner atención que siempre los procedimientos e instrucciones deben estar explícitamente indicadas.
- ✓ Anotar los datos y observaciones en un cuaderno, no en papeles sueltos.
- ✓ Asegurar que muestras, estándares y reactivos han sido etiquetados.
- ✓ Siempre usar material de vidrio limpio.
- ✓ Nunca calentar el material calibrado de vidrio.
- ✓ Usar reactivos para análisis, a menos que se estipule lo contrario, y que todos los reactivos contengan garantía de sus límites máximos de impureza.
- ✓ Tener cuidado de no contaminar estándares, muestras y reactivos.
- ✓ Hacer muestras en duplicado, como análisis, cuando sea posible.
- ✓ Evaluar críticamente todas las mediciones y reacciones si algo está sospechoso.
- ✓ Usar los métodos estándar para evaluar datos cuantificados.

Garantía de calidad, conceptos y operaciones.

El chequeo rutinario debe ser realizado por una persona calificada e independiente. Es uno de los conceptos más importantes en las BPLs.

La Unidad de Aseguramiento de Calidad tiene la doble responsabilidad de comprobar los procedimientos y resultados, y de garantizar que el trabajo está siendo conducido apropiadamente.

Se consigue así un alto grado de aseguramiento y que los números obtenidos pueden ser confiables.

La Unidad de Aseguramiento de Calidad es la herramienta disponible más usada para asegurar que el reporte de resultados sea confiable.

En muchas ocasiones se confunde la Garantía de Calidad (GC) con el Control de Calidad (CC). El CC consiste de una serie de ensayos, análisis o medidas que se realizan sobre el producto acabado para ver si cumple con la calidad especificada. Asimismo se engloba dentro del control de calidad todo aquello destinado a verificar que la calidad de las materias primas es la correcta, según acuerdo o normas, y que las operaciones del proceso de fabricación van dando resultados correctos. En la elaboración de un producto, el Control de Calidad, comprende un programa de operaciones analíticas o de verificación.

En el caso de un laboratorio de análisis, el control de calidad se centrará sobre el dato analítico -el producto que elabora- y por lo tanto, estará integrado por todas las operaciones matemáticas para evaluar la precisión y la exactitud de los análisis generados, así como las clásicas operaciones de control de calidad con muestras de valor conocido en programas intra e interlaboratorios.

La GC es algo mucho más amplio. Podría definirse como "la creación y aplicación de un sistema que garantiza y demuestra que los métodos y medios empleados en todas las etapas de un análisis, estudio o investigación, se han realizado cumpliendo las BPL".

Por lo tanto, la GC es un sistema que debe dar garantías del como se han realizado todas las operaciones técnicas y administrativas alrededor de un análisis o estudio.

Protocolo y Reporte.

Cada estudio tiene que usar su propio protocolo, pero el formato de éste debe ser establecido bajo una norma, y éste podría ser conservado y cambiar sólo unas pocas palabras para aludir a la técnica empleada, y podrá ser referido con un número de procedimiento estándar.

Director del estudio.

No es necesario que exista un director para cada estudio. El Jefe de Departamento puede ser en general el Director de los Estudios. El técnico más antiguo también puede ser el Director del Estudio. El punto es que hay que disponer de alguien al que se le encomiende y tenga la obligación de dar cuentas del estudio.

Registro de datos.

No es necesario tener para cada estudio un cuaderno separado. Es posible llevar estudios múltiples en un mismo cuaderno de laboratorio, y tener cuidado que los procedimientos estén distribuidos adecuadamente para que un cliente pueda ver sólo sus datos durante la auditoría.

Todos los datos deberán ser registrados y los cambios que puedan producirse deberán ser autorizados por procedimientos que son estipulados.

Inspecciones de cumplimiento.

Otra pregunta que merece atención para garantizar la calidad
¿Con qué frecuencia deben ser inspeccionados los estudios en el laboratorio ?

En el pasado se ha tratado de hacerlo cada dos años, pero es difícil asegurar como todo el ámbito de aplicación puede ser cubierto

Por definición, estas responsabilidades deben ser ejecutadas por la dirección en programas implementados, incluyendo el establecimiento de un programa de aseguramiento de calidad que garantice que todos los estudios se conducen con las Buenas Prácticas de Laboratorio

Gestión: significa determinar el personal, los recursos y operaciones requeridos para realizar un adecuado programa de análisis

Una buena gestión debería determinar el número de personas requiendo para realizar un programa de análisis, además de contemplar un sistema de calificación y asegurar el entrenamiento necesario para el personal.

Proveer cursos y mantener a la gente informada es indispensable, porque el elemento humano, según Bennett, es un factor vital en todo programa de aseguramiento de calidad

Por lo tanto se requiere de esfuerzos conjuntos para un programa exitoso, en que la cooperación es más necesaria que la imposición o el mandato

La implementación exitosa de las Buenas Prácticas de Laboratorio requiere regulación y reconocimiento del rol del elemento humano, en todos los niveles de personal, en el diseño, implementación y evaluación de un Programa de Aseguramiento de Calidad

En general, el analista es el primer responsable del proceso analítico, en el cual se aplican las Buenas Prácticas de Laboratorio. Pero a menudo el analista no es ni siquiera considerado en el desarrollo o implementación de un Programa de Aseguramiento de Calidad. Por lo tanto es deseable diseñar un programa en el que el analista tenga una participación decisiva

La importancia de la comunicación.

El personal de aseguramiento de la calidad, de dirección y el personal de trabajo del laboratorio, deben trabajar en conjunto para resolver los problemas y tomar decisiones correctivas de común acuerdo.

La resolución de un problema de Aseguramiento de Calidad sigue estas etapas básicas: definir exactamente el problema, generar las posibles soluciones, y analizarlas, tomar la decisión conjunta de aceptarlas e implementarlas y finalmente ejecutar la solución.

Al resolver el problema de esta manera se reconoce la importancia de la interacción de todos los miembros de la organización

Integración de Programa de Aseguramiento de Calidad en el Laboratorio Analítico.

La clave para el cumplimiento de la BPLs en el laboratorio es la integración del concepto de Aseguramiento de Calidad

El Plan es ejecutado en fases bajo la dirección de la Unidad de Aseguramiento de Calidad

La primera, la Fase de Manejo, implica la formulación del plan básico es formulado en base a un control decidido por la dirección La selección de una persona apropiada para dirigir el proyecto es un importante paso para realizarlo

En la segunda fase, se prepara al laboratorio para la implementación final. Esta es la fase de adecuación en la cual los miembros de la Unidad de Aseguramiento de Calidad y el personal debe colaborar completamente

Algunas tareas que deben ser atendidas en esta fase, son

✓Revisión y escritura de SOPs incluyendo mantenimiento de equipos, aseguramiento de la calidad, preparación de informes y preparación apropiada de protocolos.

✓Implementación de procedimientos formales con un entrenamiento, incluyendo lecciones de planeo, ayuda educacional con documentos, durante el transcurso del trabajo, para cada empleado

✓Preparación y puesta al día de la descripción de trabajo y curriculum vitae

✓Establecimiento de archivos apropiados

✓Establecimiento de un programa de etiquetado de reactivos

✓Establecimiento de procedimientos de inspecciones reguladas

✓Validación de sistemas computacionales.

Establecimiento de manejo de informes y archivos.

Dos de los elementos esenciales de un sistema de garantía de calidad (GC) en un laboratorio son los informes y los archivos

Contenido del informe final en un Estudio o Ensayo.

Los puntos que debe contener un informe de presentación de resultados de los ensayos, han sido consideradas tanto por la FDA, registrados en su apartado 58185, como por la OCDE apartado 91.

La norma internacional ISO/CE 145 (1985) también detalla el contenido mínimo del informe de presentación de los resultados de un ensayo.

Estos puntos son

Designación del documento	Identificación del documento
Identificación del laboratorio de ensayo	Identificación del cliente
Identificación de objeto presentado a ensayo	Descripción de trabajo encargado por el cliente
Método de ensayo	Realización del ensayo
Equipo de ensayo	Modalidad de la muestra
Utilización de la acreditación	Resultados de los ensayos
Otras informaciones	Fecha de emisión y firmas
Correcciones y adiciones	Implementación

La fase de implementación es la más larga y de alguna manera la más difícil, durante la cual el laboratorio empieza a operar bajo las nuevas reglas. Es un período de adaptación y de modificación, donde cada persona debe colaborar con todo su esfuerzo en el trabajo

Calibración y calidad.

La preocupación por la calidad de los datos que se obtienen con la Medición Analítica es responsabilidad de los científicos y técnicos

Estos deben mantener en todo momento una actitud crítica sobre los valores experimentales, para garantizar su consistencia y fiabilidad

Elo se acostumbra a corregir a través de los programas de evaluación y de calibración

La calibración es una actividad directamente relacionada con las características esenciales de los resultados experimentales y más concretamente con la exactitud

La calibración no sólo forma parte de la etapa de medida del proceso analítico, sino que además deberá tenerse en cuenta en la fase inicial de diseño o definición del modelo experimental, en la planificación del trabajo en el laboratorio, en la evaluación interna y externa del laboratorio, y en la presentación del resultado

Según la Guía ISO 25, 1990 ("Recomendaciones generales relativas a la competencia de los laboratorios de calibración y de ensayos"), se define la calibración como:

"el/los conjuntos de operaciones que permiten establecer, en determinadas condiciones experimentales, la relación que existe entre los valores indicados por el aparato de medida o por el sistema de medida, o los valores representados por una medida materializada, con los valores obtenidos en la medida de un valor conocido"

La calibración es una operación de comparación entre la señal o respuesta del problema, con la de un patrón de calibración, o muestra de composición conocida

La calibración se expresa en forma de un factor de calibración, o con una serie de parámetros correspondientes a la función de una recta o curva de calibración o con marcas en una escala arbitraria

Esta definición cubre todas las operaciones de laboratorio. Se diferencia entre un aparato de medida y un sistema de medidas, siendo un aparato, por ejemplo, una balanza, y un sistema, un equipo de absorción atómica a la llama, en la cual la medida depende de una serie de sistemas, verificar parámetros (caudal de operación, pulverización, atomización, absorción de luz) que podrán ser calibrados en forma independiente, aún cuando es más ventajoso calibrar el sistema global

El resultado de la calibración permite estimar los errores de los instrumentos o sistemas de medidas y modificar las marcas de las escalas

En la práctica se utilizan diferentes términos que, aún siendo diferentes a la calibración, se solapan y complementan. Así, entre mantenimiento, ajuste y calibración, valoración y estandarización, son operaciones con objetivos diferentes, aunque todas tienen influencia sobre la exactitud del resultado

Según el tipo de calibración, los diferentes métodos analíticos se clasifican en:

> **Métodos Absolutos:** La medida física se relacionan directamente con la cantidad de materia. Por ejemplo, las gravimetrías.

> **Métodos Estequiométricos:** La calibración de un reactivo permite relacionar la cantidad patrón con la cantidad del analito, por mecanismo químico. Por ejemplo, volumetría

> **Método Comparativo:** En los que los valores obtenidos en las mismas condiciones experimentales, para una serie de patrones y para la muestra se relacionan entre sí a través de un factor o una función de calibración. Son ejemplo de método comparativo la mayoría de las técnicas instrumentales

Los métodos absolutos apenas necesitan calibración, sino simplemente el ajuste o mantenimiento preventivo. No por ello son menos importantes, sobre todo la calibración de la escala de la balanza analítica.

La calibración en los métodos estequiométricos consiste en determinar el factor de normalidad o el título de la disolución valorante, realizando la experiencia contra patrones químicos.

Es en los métodos comparativos donde la operación se aplica con toda propiedad. Muchos métodos de análisis son sistemas de medida más o menos complejos en los que es muchísimo más fácil calibrar el sistema global que calibrar cada uno de los componentes, aunque ello añada nuevos condicionantes en la elección de los patrones

Por ejemplo, en la Espectrometría de Absorción Atómica es más práctico establecer la recta de calibrado para cada puesta en marcha del Espectrómetro y sistema de atomización, que intentar reproducir exactamente las condiciones experimentales que permiten trabajar con una recta de calibrado única

Sin embargo, es muy posible que en un futuro próximo los fabricantes de instrumentos ofrezcan sistemas más estables y reproducibles que faciliten la calibración

Programas de calibración.

El principal objetivo de la calibración es eliminar los errores sistemáticos; así la precisión puede ser la misma en un sistema calibrado o sin calibrar

Todas las etapas del proceso analítico, desde el muestreo hasta el último cálculo, deben estar calibradas para asegurar que la exactitud de los resultados y que la dispersión de valores experimentales se encuentran dentro de los límites tolerados.

En el trabajo diario en los laboratorios, constantemente se utilizan instrumentos y reactivos que se supone están bajo un sistema de calibración

Los laboratorios bien organizados en sus sistemas de calidad establecen sus propios programas y procedimientos, no sólo de mantenimiento y ajuste, sino también de calibración. Dicha calibración incluye

- a) Los aparatos que sin aportar datos para el cálculo de los resultados deben mantener valores determinados en los parámetros propios de su funcionamiento, son ejemplos, las estufas y neveras que deben mantener la temperatura programada constante dentro de un margen estrecho
- b) Los instrumentos con los que se obtienen señales experimentales de las muestras que, por comparación con las señales de los patrones, se transforman en valores. Estos valores o datos se introducen en las fórmulas adecuadas para calcular el resultado final
- c) Los reactivos normalizados que reaccionan estequiométricamente con una alícuota de la muestra. Son los clásicos métodos volumétricos
- d) Los procedimientos de trabajo o conjunto de operaciones de laboratorio que, aplicadas sobre una muestra, proporcionan un resultado. Estas calibraciones se realizan mediante ejercicios interlaboratorio, o con la utilización de materiales de referencia certificados

La estrategia de los programas de calibración la establece cada laboratorio según el sistema de calidad adoptado, redactando para cada caso el protocolo correspondiente

Objetivo de la calibración y rango: Una de las causas de error más frecuente en la calibración es por desconocimiento del ámbito de aplicación y, más concretamente, de las limitaciones o casos en los que el procedimiento no es válido, con lo cual se introduce una desviación sistemática en los resultados.

Lo mismo puede decirse del rango de señal o de la concentración en el que es posible interpolar los datos experimentales, evitando la extrapolación sobre valores que quedarán fuera del margen calibrado

Estos datos y advertencias deben quedar claramente expresados en la introducción del protocolo.

Unidades y forma de presentación: El resultado de una calibración es un factor o un gráfico, cuyas unidades y escalas estarán claramente explícitas, evitando expresiones ambiguas como %, sin decir que se trata de p/p o p/v.

Una causa frecuente de error es suponer condiciones por defecto, como por ejemplo en la absorbancia que, generalmente es por centímetro de paso de luz.

Es una buena práctica de laboratorio expresar las unidades de los datos y no confiar en que la costumbre de los científicos y técnicos del laboratorio suplirá los defectos.

Registro o certificación: Todos los datos parciales y evidentemente los finales de la calibración, deberán quedar registrados para cualquier verificación posterior.

En el laboratorio debe existir un sistema fácilmente accesible que permita conocer los sucesivos resultados de los programas de calibración ajuste o mantenimiento, con la fecha y firma del responsable y las demás condiciones experimentales

Para los aparatos de laboratorio, es práctico mantener junto al equipo una libreta en la que queden anotados los resultados de los ajustes y calibraciones, con las desviaciones observadas

En los reactivos la información puede anotarse en la etiqueta. Esta práctica permite revisar fácilmente posibles causas de error que muchas veces pueden pasar desapercibidas.

Frecuencia: No es prudente establecer normas estrictas sobre el máximo tiempo que puede transcurrir entre dos operaciones sucesivas de calibración, ajuste o mantenimiento; sin embargo, ello tampoco deberá depender de la opinión de los científicos del laboratorio, sino de criterios claramente establecidos para cada aparato o sistema a calibrar y de la experiencia acumulada en cada laboratorio

Los sistemas de análisis ambiental, químico o biológico necesitan de una calibración muy frecuente o incluso para cada serie de medidas, a diferencia de los instrumentos de medida directa.

Es buena práctica intercalar patrones entre las muestras para verificar si el sistema se mantiene calibrado dentro de la tolerancia admitida, o si el sistema ya no proporciona respuestas correctas. El segundo supuesto, la experiencia del analista, permite decidir entre la aplicación de un programa de mantenimiento o de ajuste, o bien, de recalibración para recuperar las condiciones de trabajo correctas

Las cartas de control son una herramienta estadística ideal para controlar la estabilidad de un sistema analítico con respecto al tiempo o al número de mediciones.

Una vez calibrado el sistema, se realiza la determinación sobre un mismo patrón, registrando el resultado en la carta de control. No siempre se dispone de una muestra de referencia estable y representativa como patrón; en estos casos las técnicas de cartas de control resultan complejas y laboriosas

La tolerancia o margen de valores entre los resultados se consideran aceptables, y es un dato que debe establecerse para cada caso, en base al riesgo tolerable, costo, medios, rapidez y otras condiciones explícitas o implícitas en la solicitud de análisis

Patrones de referencia y de trabajo: La elección de las sustancias de referencia o patrones, sobre las que establece la relación entre señal y cantidad de materia, constituye la tarea más importante en un programa de calibración y debe resolverla el científico por sí mismo en muchos casos

En los sistemas de análisis complejos, la matriz de la muestra debe reproducirse en los patrones, para asegurar un comportamiento idéntico en todo el sistema. Por ejemplo, en Espectrometría de Absorción Atómica a la llama, debe cuidarse la viscosidad, tensión superficial, residuo seco, volatilidad, etc., parámetros que aun siendo independientes de la concentración, pueden afectar al valor de la señal. Pero si la selección de los patrones es importante, todavía lo es más su correcta utilización

Las sustancias de referencia pueden perder la garantía o certificación por una manipulación poco cuidadosa o simplemente por un tiempo de almacenamiento en condiciones desfavorables

Por esta razón en el manual de calidad del laboratorio deberán explicarse las condiciones para la utilización y almacenamiento de los patrones, y en cada procedimiento de calibración especificar las condiciones particulares como la caducidad, así como algún método para comprobar que las sustancias patrón siguen conservando las características establecidas

Trazabilidad: Según la norma ISO 25-1990, se define como "La propiedad del resultado de una medida por la que es posible relacionarlo con los patrones correspondientes, sean nacionales o internacionales, a través de una cadena ininterrumpida de comparación".

En última instancia, en el mismo sistema SI, estos patrones son el gramo, el segundo y metro, cada uno perfectamente definido y al que debe poder referirse en última instancia el resultado. En química analítica por ejemplo la última referencia puede ser el peso, por lo que el perfecto ajuste y calibrado de la balanza analítica constituye la piedra fundamental en la mayor parte de los análisis.

La trazabilidad en Química Analítica no es tan fácil de establecer como en metrología mecánica o física en general, pues en muchos procedimientos la cadena de comparación se rompe en operaciones que, como la extracción, son de muy difícil reproducibilidad, aunque sean repetibles si se respetan las condiciones a todo el procedimiento analítico

Evidentemente cuando más lejos llegue un laboratorio en demostrar la trazabilidad de sus resultados, mayor será la fiabilidad de éstos

Según las recomendaciones de las Buenas Prácticas de Laboratorio, la trazabilidad deberá demostrarse documentalmente a través de los datos originales, de los registros certificados y, en definitiva, a través de los procedimientos normalizados de trabajo utilizados.

El concepto de trazabilidad también puede aplicarse al sistema de documentación del laboratorio, tanto en la disponibilidad de procedimientos normalizados de trabajo como en el registro de resultados y, muy especialmente, en la relación entre los diferentes documentos.

Los auditores de calidad en los laboratorios suelen poner especial interés en verificar la trazabilidad de un resultado, pues con ello se revisa un sistema de calibración y sistema de documentación interna en el laboratorio

Procedimientos de calibración: En general el procedimiento operativo para ejecutar la calibración es semejante al un procedimiento analítico, e incluso en muchos casos en una repetición del mismo esquema analítico.

Se trata de realizar una serie de acciones en una secuencia determinada, registrando los valores o actuando sobre algún dispositivo mecánico o electrónico del aparato

Cada técnica analítica tiene su propio método de calibración, que el usuario debe conocer y saber ejecutar.

Los tres grupos de técnicas analíticas, establecidos según el procedimiento de calibración se indican a continuación.

Procedimientos Absolutos: Suelen ser los más sencillos, y se superponen con la operaciones de ajuste. Se trata de relacionar la señal del instrumento con una magnitud física y colocar la marca o escala del aparato en la posición correcta respecto al resultado de la calibración. Son ejemplos los siguientes:

- ✓ Calibrar una balanza con una pesa certificada
- ✓ Calibrar una pipeta por pesada del agua destilada vertida entre las marcas
- ✓ Calibrar la escala de longitud de onda de un espectrofotómetro UV-VIS con la disolución de CrO_4K_2
- ✓ Calibrar la escala del refractómetro con agua.
- ✓ Calibrar la constante de célula de un conductímetro con la disolución de KCl.

Procedimiento Estequiométricos: Se llevan mediante reactivos valorados o normalizados, que se relacionan con las muestras perfectamente conocidas a través de determinados mecanismos químicos.

La calibración consiste en aplicar exactamente el mismo procedimiento analítico sobre una sustancia patrón, de pureza garantizada.

La relación entre el peso de patrón y el volumen de reactivo se expresa en términos de normalidad o de factor de concentración.

La estabilidad del reactivo condiciona la frecuencia con la que debe repetirse la calibración, operación que en estos casos también se denomina estandarización o normalización del reactivo.

Procedimientos Comparativos: En ellos se establece una función de calibración aplicando el mismo procedimiento de medida a patrones y a muestras. Así como los métodos estequiométricos la relación se mantiene a través de un reactivo normalizado, en los procedimientos comparativos es una función (numérica o gráfica) que permite establecer la relación.

A diferencia de los procedimientos absolutos, aquí el sistema de medida es más complejo y es correcto incluir en una misma función la calibración una serie de variables, que deben mantenerse constantes para la calibración y medida, de manera que si se modifica alguna de estas variables experimentales se invalida la función de calibración y ésta deberá repetirse.

La mayoría de los procedimientos instrumentales utilizados para análisis químico son sistemas complejos, pues el acoplamiento entre la muestra y el dispositivo de medida, o el sensor que proporciona la señal, incluye una serie de operaciones a realizar en condiciones de trabajo muy estrictas.

Esta es la razón por la que en los sistemas de análisis complejos la matriz de los patrones es una variable tan importante como su concentración, para conseguir garantizar su correspondencia con la muestra. Así es lógico pensar que cada tipo de muestra pueda necesitar patrones diferentes, aunque la especie química a determinar sea la misma.

Comparación entre Patrones y Muestras: Los resultados de la aplicación de un procedimiento analítico sobre patrones en condiciones establecidas deberán tratarse numérica o gráficamente para establecer la función que relaciona la señal analítica con la cantidad de sustancia que ha generado, y así poder deducir la concentración de las muestras a través de su señal

La Matemática, y especialmente la Estadística, proporcionan las herramientas de cálculo para establecer la relación entre señal y la cantidad de sustancia (Y frente X) Pueden encontrarse en los tratados de Química Analítica y en libros especializados como el de J.C. Miller and J.N. Miller

En algunos casos el error en la escala de Y no es constante con el valor, es decir que la dispersión en la señal suele ser mayor cuanto mayor es la concentración de sustancia. En estos casos los puntos de la recta tienen diferente peso sobre la precisión de la ordenada del origen y de la pendiente

Existen procedimientos para calcular rectas ponderadas, que siendo más complejos (pues se necesita conocer la dispersión de la señal para cada uno de los patrones) no suelen mejorar la exactitud de los resultados, aunque si su precisión que es más real

Límite de Detección: Uno de los puntos característicos de la recta de calibrado es la señal para la concentración cero, que puede tener diferente significado si corresponde a la medida realizada sobre los reactivos sin la muestra (prueba en blanco de los reactivos)

O bien, se realiza sobre la muestra sin alguno de los reactivos esenciales (prueba en blanco de la matriz de la muestra) Las explicaciones que puedan darse a la desviación desde cero hacia valores positivos o negativos de la señal para las pruebas en blanco, constituyen un buen índice del grado de conocimiento que el científico posee del procedimiento analítico

Ambas señales de las pruebas en blanco suelen acumularse sobre las de la muestra, aunque de manera diferente a las señales de los patrones, por lo que es más prudente mantener estos valores en la representación de la recta de calibrado, y sustraer al resultado de concentración del correspondiente a la prueba en blanco

La señal de la prueba en blanco también presenta errores experimentales y, por lo tanto, una dispersión de valores que afectan al límite de detección del procedimiento

Así como la pendiente de la recta de calibrado es un índice de la sensibilidad del procedimiento analítico, la precisión de esta pendiente y la de la ordenada en el origen establecen el límite de detección, o sea la cantidad mínima de sustancia detectable cuantitativamente

El valor del límite de detección se establece con criterios de probabilidad de cometer error por asignar un valor a la señal de un blanco, o bien por asignar el valor del blanco (no detectable) cuando en realidad la muestra contiene cantidad significativa de sustancia. También aquí la estadística proporciona diversos modelos para establecer estos límites, según el grado de seguridad que se desee alcanzar

En algunas técnicas instrumentales se llama "ruido de fondo" a la dispersión de la señal del blanco, estableciéndose como límite de detección la concentración que da una señal doble o triple respecto a la señal de fondo

Es incorrecto utilizar expresiones como "no detectable", "ausencia" o "0", como resultado correspondiente a señales iguales a la prueba en blanco, siendo correcto decir que el resultado de una señal no diferenciable de la prueba en blanco es "inferior al límite de detección", cuyo valor se ha determinado previamente

Adiciones Patrón: Para ganar seguridad en la utilización de las rectas de calibrado, o sea, de la correcta similitud en el comportamiento de patrones y problemas, es aconsejable el método de las adiciones estándar.

Las dudas suelen plantearse en los sistemas analíticos complejos o para las muestras con matrices difícilmente reproducibles en los patrones, cual es el caso de alimentos, muestras biológicas o del medio ambiente, y evidentemente cuando concurren las dos circunstancias, por ejemplo, en la determinación de metales pesados por Absorción Atómica en aguas residuales.

La duda surge al no disponer de muestras de la misma matriz pero sin contaminación del metal, para utilizarla en la preparación de los patrones de calibración. Una solución es preparar los patrones con la misma muestra. Para ello se toman varios volúmenes iguales de la disolución a analizar, añadiendo a algunas de ellas cantidades perfectamente conocidas de la especie química de determinar y todas las alícuotas se enlazan al mismo volumen.

Con ello se dispone de una serie de preparaciones que contienen, además de la cantidad problema (no conocida), las cantidades adicionadas, incluyendo la adición cero y valores que cubren el margen de linealidad.

El método de las adiciones se apoya en dos premisas no siempre válidas, una es suponer que en el sistema analítico los patrones adicionados se comportan de la misma forma que lo hace la sustancia contenida en la muestra, pues no podemos asegurar que correspondan a la misma especie o combinación química (estado de oxidación o de complejación, etc).

Otra suposición es que la relación señal/ concentración mantiene la misma función lineal (concretamente la misma pendiente) fuera del margen calibrado, pues se deduce la concentración por extrapolación.

Si con el método de las adiciones patrón se detecta interferencia, se recomienda modificar las condiciones experimentales o utilizar modificaciones de matriz para eliminar o reducir al mínimo la interferencia.

Ejercicio de intercomparación.

Los ejercicios de intercomparación son uno de los mejores medios de que dispone un laboratorio para comprobar la bondad de su diseño, de su planificación y control; o sea para evaluar la calidad de su trabajo.

Un ejercicio de intercomparación se basa en la aceptación por parte de varios laboratorios de llevar a cabo un mismo trabajo analítico, bajo la coordinación de una organización, con el objeto de evaluar la calidad de su trabajo, de evaluar un método, o bien de determinar el contenido de un elemento o de un compuesto en un material.

Evaluación interna.

Para llevar a cabo la evaluación interna Taylor indica que se pueden usar distintos procedimientos:

- a) Realizar medidas repetitivas sobre una misma muestra.
- b) Usar muestras patrón interna. Una muestra patrón interna es aquella que ha sido analizada mediante un procedimiento estandar ya sea en el propio laboratorio o en colaboración con otros, pudiendo considerar que su composición o propiedades se conocen suficientemente
- c) Usar cartas de control en donde de manera gráfica se representa la variación con el tiempo del valor que se obtiene al medir repetidamente un mismo parámetro en una misma muestra, en general un patrón interno y un blanco
- d) Intercambio de operadores y equipos

Calidad en la toma y tratamiento de la muestra.

Uno de los aspectos más importantes para poder obtener resultados analíticos que sean de utilidad es disponer de una muestra representativa del lote que se quiere analizar

Es fundamental analizar todos los posibles errores que se pueden cometer tanto en el proceso en sí de muestreo como en toda la manipulación que se necesita realizar sobre la muestra hasta que esta llega al laboratorio.

La mayoría de las técnicas analíticas requieren de la muestra en disolución antes de los análisis.

Existen una serie de etapas implicadas en un análisis y de todas ellas, la obtención de la muestra es la más importante, ya que si ésta no ha sido tomada de forma apropiada no tiene ningún sentido analítico ni económico el realizar los ensayos planteados para ella

Como regla general el analista debería estar directamente involucrado en la etapa de muestreo de forma que pueda asegurarse no sólo que las muestras tomadas sean representativas, sino que durante el proceso de muestreo, transporte y conservación de muestra, no se produzcan cambios significativos en su composición

El analista debe intentar obtener la máxima información posible sobre el problema planteado en su conjunto, historia de la muestra y composición aproximada de la misma, antes de poder recomendar un programa de muestreo. El grado de participación del personal de un laboratorio en la etapa de muestreo es muy variable, de forma que en algunos laboratorios está llevada a cabo por personal ajeno al laboratorio mientras que en otros es asignada al personal del laboratorio

En aquellos casos en que el muestreo realizado resulta inapropiado, los resultados son siempre incorrectos y existe, por lo general, una clara tendencia a culpar de ello al laboratorio que ha realizado los análisis. Todo ello lleva a controversia, repetición de los análisis con el consecuente costo extra, consumo de tiempo, y a otros problemas adicionales

Por todo lo expuesto, aunque al laboratorio analítico no le haya sido asignada la obtención de la muestra, el personal del mismo no sólo debe conocer los métodos utilizados en el muestreo sino que también debe dar sus opiniones sobre cómo llevar a cabo el proceso en esta etapa tan importante del análisis. El director del laboratorio debe rechazar el llevar a cabo el análisis de muestras que no han sido recogidas adecuadamente, o al menos hacerlo constar en el informe final de resultados

Requisitos básicos del muestreo

Por regla general la muestra que llega al laboratorio (MA) constituye una parte pequeña del lote total de la muestra. La cantidad de muestra para los análisis correspondientes es una fracción muy pequeña de MA y sólo una pequeña parte de la misma es la que se utiliza en la obtención de la medición analítica. En cualquier caso, tanto la muestra como submuestras deben cumplir los requisitos siguientes:

- 1 La composición de la muestra que llega al laboratorio (MA) y la que se utiliza para realizar los análisis debe ser en principio igual a la de la muestra inicial (composición media representativa). Sin embargo, esta es una condición ideal que no siempre puede cumplirse cabalmente por lo que en la práctica generalmente se sigue una situación de compromiso, lo que implica aumentar el número de alícuotas a muestrear.
- 2 La varianza de los niveles de concentración de las muestras analíticas analizadas en el laboratorio debe ser igual a la varianza de la muestra original (varianza representativa).
- 3 El error total introducido en todo el proceso de muestreo debe ser menor, o al menos del mismo orden de magnitud, que el error en el subsiguiente procedimiento analítico.

Plan de muestreo.

Todo el proceso de toma de muestra debe estar bien planificado, detallado y escrito. En el plan de muestreo se debe incluir donde y quien ha de realizar la toma de muestra, así como el procedimiento que ha de seguirse para su obtención. Debe tenerse en cuenta que por lo general este proceso tiene lugar fuera del laboratorio y que en ocasiones hay que resolver problemas prácticos con los que el analista no está familiarizado. Las principales razones que justifican la necesidad de disponer del procedimiento de muestreo por escrito son las siguientes:

- a) El escribir en el plan de muestreo obliga a pensar más detalladamente sobre todos los pasos a seguir en el proceso. Por otra parte, el disponer de un plan de muestreo escrito estimula a sus lectores a la crítica e incluso de sugerencias (lo que a veces no es posible en una discusión oral) y por lo tanto a su posible mejora.
- b) Si el plan es claro e inabiguo se evitan errores de interpretación. No olvidemos que en las transmisiones orales se pueden producir errores de entendimiento e interpretación. Por otra parte, facilita el problema que la adaptación cuando cambia el personal que interviene en la etapa de muestreo.
- c) El seguir el personal muestreador un plan de muestreo por escrito proporciona una garantía de que el proceso se ha realizado siguiendo el procedimiento deseado.
- d) El plan escrito de muestreo ayuda a asegurar la garantía de la calidad de los resultados.

Al escribir un plan de muestreo lo primero que debe establecerse claramente son los OBJETIVOS del mismo. La situación frecuentemente es aquella en la que de un gran cantidad de muestras debe tomarse una pequeña porción que sea "representativa del lote" para la realización de los análisis, y determinar su composición. Debe considerarse que una muestra representativa puede tomarse siguiendo diversos métodos.

No obstante, existen situaciones en las que el objetivo no es obtener una muestra representativa sino por el contrario controlar si existen partes del lote de la muestra original que estén contaminadas por diversas razones.

Así, en este caso el objetivo consistirá en determinar la variación de la concentración de analitos, lo que implicará la toma de muestra en las distintas zonas de interés del lote.

Otro ejemplo similar lo constituye el controlar la variación de la contaminación de aguas de vertido (RILES), con el tiempo, de una industria, lo que obliga a realizar distintas tomas de muestras en distintos tiempos. En todas estas situaciones no tendría ningún sentido el hablar de muestras representativas.

Por lo tanto, en un programa escnto de muestreo es aconsejable visualizar claramente los requisitos que deben cumplirse y constatar claramente que constituye la etapa más básica de los análisis. Los requisitos básicos a considerar son

- a) Información sobre la muestra a analizar incluyendo la naturaleza de la muestra, composición química probable de la matriz, distribución topográfica, etc
- b) Tipo de instrumentación a utilizar en el muestreo
- c) Grado de homogeneidad
- d) Numero de submuestras que se necesitan tomar al azar para obtener una exactitud determinada en el resultado analítico
- e) Consideraciones especiales para tipos de muestras tales como autopsias, dietas alimenticias, etc
- f) Esquema sobre precauciones a seguir en la preparación de la muestra. Una evaluación detallada de todos estos aspectos antes de la toma de muestra ayuda favorablemente a obtener la cantidad de muestra adecuada y trabajar en las mejores condiciones de compromiso entre los requisitos ideales y las posibilidades prácticas del muestreo

A continuación veremos con más detalle algunos de estos aspectos

Naturaleza de la Matriz.

La complejidad del muestreo no sólo es función de los diferentes estados de agregación en que se puede presentar la muestra (sólido, líquido o gas) sino también de que su composición y volumen permanezcan, o no constantes con el tiempo y lugar y de que la muestra posea, o no, unos límites claramente definidos

Por otra parte, hay que considerar que la matriz puede estar constituida por dos o más fases en cuyo caso es necesario definir si el analito debe determinarse en una de ellas o en la muestra total.

En este último caso es necesario describir la técnica de mezclado a seguir mientras que en el primero habrá que recurrir a técnicas de separación y medida de la relación de volúmenes entre las fases.

Otro factor importante a considerar es la homogeneidad de la muestra: los sólidos tienden a ser menos homogéneos que los líquidos o gases. Pues bien, a la hora de organizar un plan de muestreo también es importante conocer las posibles causas de heterogeneidad de la muestra (en los sólidos las partículas más pequeñas tienden a depositarse en el fondo del material, a través de los orificios existentes entre las partículas de mayor tamaño; en líquidos y gases las sustancias de mayor densidad tienden a concentrarse en las capas inferiores de la muestra)

El plan de muestreo debe incluir todos los pasos a seguir bien sea para eliminar la falta de homogeneidad o para evaluar su grado de incidencia (análisis independientes de distintos puntos de muestreo).

Tipos de Muestras.

En un plan de muestreo debe definirse el tipo de muestra, dentro de las más significativas, que se desea obtener

❖ Muestra representativa, de composición y propiedades similares al conjunto de la muestra. Suele estar constituida por varios incrementos o submuestras íntimamente mezclados para su homogeneización antes del análisis

❖ Muestra selectiva, obtenida en el muestreo de zonas determinadas.

❖ Muestra protocolo o sistemática, obtenida según un procedimiento sistemático establecido

❖ Muestra aleatoria, obtenida al azar de un conjunto de muestras.

❖ Muestras compuestas, formada por dos o más incrementos. Su composición es considerada como promedio y elimina la necesidad de analizar un elevado número de muestras o de incrementos

Básicamente se utilizan tres tipos de muestreo:

- 1.- **Muestreo Intuitivo:** Basado en la experiencia del muestreador.
- 2.- **Muestreo Estadístico:** Implica un análisis de un gran número de muestras obtenidas, basándose en un determinado modelo
- 3.- **Muestreo de Protocolo:** Es un plan específico para poder tomar decisiones en una situación dada

Técnicas de Muestreo.

Si las muestras a analizar fueran totalmente homogéneas solamente sería necesario tomar un incremento de cada una de ellas para determinar sus propiedades. En la práctica, las muestras generalmente no son homogéneas

Existe una cantidad de materiales tales como aleaciones y sedimentos con partículas de diferente composición que están distribuidas heterogéneamente sobre la muestra. En líquidos y gases también pueden existir importantes gradientes de concentración. En todos los casos deben tomarse distintos incrementos de la muestra bruta y a la hora de planificar un muestreo se deben considerar algunos aspectos, de los cuales los más importantes son

Selección de los puntos y tiempos de muestreo

Para la obtención de muestras aleatorias, deben tomarse incrementos de la muestra en puntos preseleccionados al azar (utilización de números aleatorios mediante el empleo de computadores). Los puntos de muestreo deben de ser de fácil acceso y convenientes. En el caso de muestras de dinámicas debe conocerse, en la medida que sea posible, los flujos y variación con el tiempo

Representatividad de la Muestra.

Se debe tener la seguridad de que la concentración de los analitos en la muestra obtenida son idénticos a la muestra de interés en la posición y tiempo en la que ésta no varíe hasta la ejecución de los análisis.

Etiquetado de la Muestra.

Las muestras deben etiquetarse adecuadamente cuando recién han sido tomadas y la etiqueta debe contener la máxima información posible persona encargada de realizar el muestreo, día, hora, lugar en que se realizó la toma de la muestra, información sobre la metodología seguida, posible incidencia que haya tenido el lugar de muestreo Toda esta información será de sumo valor para luego interpretar los resultados.

Subdivisión de una Muestra.

La muestra bruta posee por lo general un tamaño muy superior a la cantidad necesaria en el laboratorio para la ejecución de los análisis. Se han desarrollado ecuaciones matemáticas que permiten calcular apropiadamente la cantidad de masa necesaria en el muestreo de un determinado material

Consideraciones Estadísticas.

La estadística juega un papel de suma importancia en el muestreo de material no homogéneo y en la evaluación de los resultados obtenidos

La estadística de muestreo, basada en el principio de que "Todas las partículas o porciones del material deben tener la misma probabilidad de ser tomadas" es vital para la obtención de una muestra de la forma más sencilla y representativa posible

Contaminación.

La contaminación durante el muestreo puede ser debida al medio ambiente, a la operación del muestreo en sí y/o al personal que muestrea

La contaminación por el medio ambiente puede provenir del polvo y de contaminantes volátiles existentes en el aire. Por otra parte, si las herramientas empleadas en el muestreo no son del material adecuado para las diferentes muestras a tomar y elementos a analizar, también contribuyen significativamente a la contaminación de las muestras

En el muestreo de muchos materiales se recomienda el empleo de material no metálico (polietileno, polipropileno, teflon, cuarzo, titanio, ágata) Otro tipo de contaminación importante puede provenir de los conservantes o estabilizantes adicionales a la muestra, los cuales deben ser chequeados antes de su utilización.

Además el mismo muestrador puede contaminar la muestra por la piel (sudor, cosméticos y contacto con la piel).

Pérdidas de elementos.

El proceso de absorción por las paredes del recipiente o superficie de las herramientas empleadas en el muestreo puede constituir otra fuente de error con una incidencia tanto mayor cuanto menor sea el contenido de los elementos traza.

Salvo excepciones se recomienda el empleo de recipientes de cuarzo, teflón o polietileno de elevada pureza.

Conservación y transporte de la muestra

Cuando el transporte de la muestra al laboratorio se realiza después de unas horas de ser tomada generalmente es suficiente el mantenerlas a 4° C; pero para tiempos superiores, en especial para muestras biológicas, es aconsejable transportarlas debidamente congeladas.

El material de los contenedores debe ser cuidadosamente seleccionado para evitar posible contaminación o pérdida de analitos (el polietileno y el teflón son materiales bastante aconsejados).

Debe tomarse precauciones para evitar la exposición de las muestras a humedades extremas. En el transporte de sólidos debe evitarse que tengan lugar problemas de segregación, y si sucede, rehomonogeneizar las muestras después del transporte. Las muestras deben conservarse de forma que se reduzca al mínimo los riesgos de alteraciones que estas pueden experimentar antes del análisis.

El tipo de tratamiento para la conservación de muestras líquidas depende de los análisis a realizar en las mismas. Por lo general, la estabilización de iones metálicos se consigue por acidulación con ácido nítrico u otro ácido estabilizante.

Almacenaje de la muestra.

El almacenaje de las muestras es en numerosas ocasiones inevitable, especialmente cuando éstas no se pueden analizar inmediatamente después de llegar al laboratorio. En numerosas ocasiones, es de sumo interés preparar un duplicado de la muestra, el cual se guarda, y puede utilizarse con el tiempo como chequeo de los resultados obtenidos en los análisis iniciales (de gran importancia en el análisis clínico y forense).

Algunos de los materiales que se utilizan en el almacenaje de muestras son: polímeros, vidrios, metales.

¿Porqué certificarse?

¿Qué es la certificación y por qué nos certificamos?

¿Por qué, si encontramos una manera de realizar las cosas de manera que consigamos que sus destinatarios tengan un alto grado de satisfacción, no hacerlo siempre así? y ¿por que, si lo hacemos con ese control y "buen hacer", no se lo decimos al mundo?

Estas dos cuestiones nos pueden resumir de una manera sencilla el objetivo de la certificación. Con este proceso conseguimos optimizar nuestras actividades fijándonos en una norma de referencia, que nos ayuda a normalizar nuestros procesos.

Una vez conseguido esto tenemos que demostrar a nuestros clientes, al mercado y a la sociedad en general que somos capaces de hacerlo tal y como decimos. Para ello necesitamos esa norma de referencia y la entidad que nos ayude a comunicarle a la sociedad nuestra mejora, de esto se encargan los organismos certificadores

Por otro lado, nos encontramos con dos beneficios inmediatos;

Por un lado nos encontramos con los llamados costes de la falta de calidad ("no calidad"), que son el fruto de una mala gestión. Al implantar un sistema de la calidad estos costes sufren un descenso considerable, lo que se traduce en ahorro económico para la empresa ya que se detectan algunos "reprocesos", repeticiones, duplicidades, etc., que no debieran producirse.

Por otro lado, tenemos el prestigio que gana la organización por exhibir una marca —la del organismo certificador— que garantiza la calidad de sus servicios.

La implantación del sistema de la calidad supone mejoras en toda la estructura, en los procesos y en los servicios de la empresa y mejora la relación con los clientes, aumenta la motivación del personal, la fidelidad de los clientes, etc

¿Las empresas de servicios son diferentes?

Todas las organizaciones son dueñas de sus particularidades. Las instituciones sanitarias, como empresas de servicios, fundan su principal complejidad en la intangibilidad del producto servido, lo que ocasiona un mayor riesgo a la hora de dar un servicio no conforme.

El éxito depende de los conocimientos, actitudes y comportamiento de las personas que componen la organización. Si estas no poseen la pericia técnica, habilidad y motivación necesarios, ninguna forma de organización podrá corregir las posibles deficiencias.

La aplicación de la gestión de la calidad en las empresas de servicios facilita la consecución de importantes mejoras en el rendimiento de las organizaciones.

Uno de los aspectos críticos del servicio para la gestión de la calidad en los servicios es su diseño, que consiste en la definición y estructuración de los procesos del servicio, mediante especificaciones concretas, que permitan alcanzar y dar satisfacción a las necesidades y expectativas del cliente.

La calidad debena ser una cualidad intrínseca de las cosas, sin que un tercero tuviera que constatarla. Sin embargo en los últimos años la calidad se ha convertido en un elemento diferenciador ligado a la necesidad que tienen las organizaciones a demostrar que sus productos y servicios gozan de unas cualidades distintivas que les hacen mejores que los de su competencia.

Está bien conseguir que nuestro proceso sea capaz de producir un cierto número de informes de laboratorio clínico diarios, semanales, mensuales o anuales, bajo unos controles que nos hagan disminuir el tiempo muerto de los equipos o el número de errores en función de la capacidad del propio proceso, y si esto nos hace ganar dinero al optimizar nuestros recursos mejor que mejor.

Pero de que nos sirve todo ese control sobre los aparatos, equipos y fases analíticas, a la hora de implantar un sistema de gestión de la calidad si:

> la Dirección no es capaz de comprometerse formalmente al suministro de cualquier necesidad que requiera el sistema: el último punto de los 14 establecidos por Deming para la gestión de la calidad "es crear una estructura en la gerencia que vele por todo lo anterior".

> si no somos capaces de detectar los errores cuando se produzcan y registrarlos, sin esperar a que la detección y arreglo dependa de más factores que la falta de información.

> si una persona tiene que perder excesivo tiempo en consultar un determinado protocolo de actuación por que no lo encuentra.

> si los suministros comprados son no conformes para nuestra actividad porque no le indicamos los requisitos concretos a los proveedores o no controlamos su actividad.

> si necesitamos acceder a un registro y perdemos días en encontrarlo siempre y cuando no se haya perdido definitivamente.

Hay que convencerse que si no conseguimos controlar todos estos aspectos indirectamente implicados con nuestra actividad diaria seguiremos teniendo un gran "agujero" en nuestra organización que cada vez será más difícil de tapar. Estas son las ventajas que nos da un sistema de gestión de la calidad, ya que nos proporciona estas herramientas para gestionar eficazmente aspectos.

En número de repeticiones de análisis, las no conformidades relacionadas con la obtención y transporte de muestras, los bloqueos informáticos, etc., se pueden evitar en muchas ocasiones.

Los coordinadores de la calidad de las organizaciones están acostumbrados a oír del resto del personal frases como "a mí me pagan para hacer análisis no para rellenar registros inútiles".

La frase puede ser cierta hasta un punto, nos pagan por hacer un trabajo, pero por hacerlo bien y conseguir que cada vez se haga mejor, y se satisfagan de forma permanente las necesidades y expectativas del cliente, ya que de todo ello dependerá el éxito o fracaso de la organización.

Para ello es necesario una cosa fundamental que consiste en dejar constancia en cualquier medio de todo aquello que vamos haciendo para poder contrastar con los objetivos que nuestra organización se ha planteado conseguir, nuestras memorias tienen límites. El segundo paso es utilizar apropiadamente esas evidencias, y para ello tenemos las normas que nos ayudan a sacar rendimiento de la información recopilada

Calculemos el coste de la falta de calidad, es decir, calculemos cuanto dinero, considerando tiempo y materiales, nos cuesta la repetición de uno o varios análisis y luego lo que nos cuesta el haberlo registrado en un informe de no conformidad y su estudio, y comparemoslo con la posibilidad de que volviera a suceder el error o no en función de su detección, es decir, cuantas repeticiones se hubieran necesitado si no se registra la no conformidad y cuantas si se registra teniendo en cuenta factores de tiempo

Comprobemos el dinero que cuesta la revisión de un pedido de compras antes de emitirlo, en comparación con los costes que hubiera supuesto la devolución de ese material al proveedor si además con suerte no ha llegado a retrasar tu actividad

Debemos tener en cuenta que los sistemas de la calidad no hacen referencia a ningún tipo de aspecto económico y sin embargo si que pueden llegar a tener una gran implicación económica a largo plazo

La finalidad de esta exposición, es hacer ver a las organizaciones la necesidad de ver mas allá de la columna principal de un proceso analítico, obtener una información valiosa de los puntos débiles y mejorarlos atacando a las verdaderas causas de los mismos

¿Qué tomar en cuenta en la selección de un laboratorio?

- > Debe ser un laboratorio independiente de tal forma que se eliminen los conflictos de interés.
- > Con una respuesta de análisis de por lo menos 72 horas o menos.
- > Acreditado formalmente.
- > Con calibración regular de sus instrumentos.
- > Con técnicos especializados y certificados.
- > Con exactitud y validez de resultados.
- > Con soporte técnico.

La Ética de la Fe

Un armador se disponía a echar a la mar un barco de emigrantes. Sabía que el barco era viejo y que no había sido construido con gran esmero que había visto muchos mares y climas y se había sometido a menudo a reparaciones. Se había planteado dudas sobre si estaba en condiciones de navegar.

Esas dudas lo reconcomían y le hacían sentirse infeliz; pensaba que quizás sería mejor revisarlo y repararlo aunque le supusiera un gran gasto. Sin embargo, antes de que zarpara el barco consiguió superar esas reflexiones melancólicas. Se dijo a sí mismo que el barco había soportado tantos viajes y resistido tantas tormentas que era ocioso suponer que no volvería salvo a casa también después de este viaje. Pondría su confianza en la Divina Providencia, que difícilmente podría ignorar la protección de todas esas familias infelices que abandonaban su patria para buscar tiempos mejores en otra parte.

Alegría de su mente toda sospecha poco generosa sobre la honestidad de los constructores y contratistas. De este modo adquirió una convicción sincera y reconfortante de que su nave era totalmente segura y estaba en condiciones de navegar, contempló como zarpar con el corazón aliviado y con los mejores deseos de éxito para los exiliados en su nuevo hogar en el extranjero, y recibió el dinero del seguro cuando la nave se hundió en medio del océano y no se supo nada más.

¿Qué podemos decir de él? Desde luego, que era verdaderamente culpable de la muerte de esos hombres. Se admite que creía sinceramente en la solidez de ese barco, pero la seguridad de su convicción de ningún modo puede ayudarlo, porque no tenía derecho a creer con una firmeza como la que tenía delante.

No había adquirido su fe honestamente en investigación paciente, sino enfocando sus dudas.

William K. Clifford
La ética de la fe (1874)

Conclusiones.

- Del 100% de un problema determinado el 20% es cuestión técnica, y el 80% restante es determinado por las relaciones humanas
- La determinación de los resultados que se obtienen en el laboratorio repercute en forma proporcional al entorno
- La resistencia al cambio es la principal barrera para efectuar adecuadamente los análisis de laboratorio
- La falta de concordancia entre lo que se dice y lo que se hace es la causa mayor de pérdida de información, recursos, principios, valores, beneficios, etcétera.
- La calidad en el servicio de laboratorios debe estar orientada al beneficio y confianza de los resultados para los usuarios finales
- El fenómeno de la globalización nos obliga a mantenernos actualizados
