



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**PROYECTO PARA IMPLEMENTAR EL SISTEMA  
DE GESTIÓN DE CALIDAD EN LA TÉCNICA  
DE DETERMINACIÓN DE TAMAÑO  
DE PARTÍCULAS  
CONFORME A LAS NORMAS  
ISO/IEC 17025:2017 E ISO 9001:2015**

**TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:**

**QUÍMICA FARMACÉUTICA BIÓLOGA**

**PRESENTA:**

**DIANA LAURA ROMERO GARCÍA**



**CIUDAD DE MÉXICO**

**2019**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## **JURADO ASIGNADO:**

**PRESIDENTE: M. EN C. MA. DEL SOCORRO ALPIZAR RAMOS**

**VOCAL: M. EN I. ELSA FLORES MARROQUÍN**

**SECRETARIO: DR. CARLOS JASSO MARTÍNEZ**

**1er. SUPLENTE: DR. EN C. GERARDO LEYVA GÓMEZ**

**2° SUPLENTE: M. CARLOS ALBERTO ÁLVAREZ LIMÓN**

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:  
UNIDAD DE SERVICIOS DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN Y A LA INDUSTRIA (USAI),  
EDIFICIO H LAB 132, FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM.**

**ASESOR DEL TEMA:**

**M. EN I. ELSA FLORES MARROQUÍN**

---

Firma

**SUPERVISOR TÉCNICO**

**M. EN I. VÍCTOR HUGO LEMUS NERI**

---

Firma

**SUSTENTANTE:**

**DIANA LAURA ROMERO GARCÍA**

---

Firma

## DEDICATORIA

A mis padres por sus apoyo durante todos estos años, por lo que ahora puedo cumplir una de mis más anheladas metas.

A mis hermanas por sus contantes consejos, compañía, ejemplo y cariño.

A mi gran amiga Arely, por cada consejo, abrazo y momento que compartimos en la licenciatura, que en los años por venir nuestra amistad crezca cada día más, te quiero mucho.

A mis amigas Mary, Laura Calixto, y Nancy por ser parte de mi formación académica, por acompañarme con buenos consejos y grandes experiencias, que cada día vengan más las quiero mucho.

A mis amiguitos Jorge, Teo por hacerme reír tanto y ser tan pacientes escuchándome y haciendo llevadero el camino de la universidad.

## **AGRADECIMIENTOS**

A la Universidad Nacional Autónoma de México, por permitirme desarrollar y cultivar los conocimientos y habilidades que hoy poseo.

A la USAII por permitirme desarrollar mis estudios en sus instalaciones, y proporcionarme los recursos para obtener mi trabajo de tesis.

A la M. en I. Elsa Flores por su apoyo, su guía en lo profesional y lo personal, su paciencia y su enseñanza en cada momento.

Al M. en I. Víctor Lemus, por los conocimientos transmitidos, la paciencia y la guía durante el desarrollo de mi trabajo, para concluir mi formación.

A la Dra. Alpizar, y al Dr. Jasso, por el tiempo dedicado a mis revisiones y sus valiosos comentarios y aportaciones.

**EN MEMORIA †**  
*En memoria de mi MADRE,  
que con tanto amor me educaste,  
me guiaste y me instruiste para ser  
la mejor versión de persona,  
concluyó lo que con tanto esfuerzo  
forjaste a mi lado desde pequeña;  
mamá lo logramos -Te amo-*

## Abreviaturas y símbolos

<b>AE</b>	Análisis Elemental
<b>AQAP</b>	Allied Quality Assurance Procedures.
<b>CD</b>	Calificación del Diseño.
<b>C de D</b>	Calificación del Desempeño.
<b>CI</b>	Calificación de la Instalación.
<b>CO</b>	Calificación de la Operación.
<b>DTP</b>	Determinación de Tamaño de Partículas.
<b>DE</b>	Desviación Estándar
<b>ema</b>	Entidad Mexicana de Acreditación A.C.
<b>IMNC</b>	Instituto Mexicano de Normalización y Certificación.
<b>ISO</b>	Organización Internacional para la Estandarización.
<b>LSD</b>	Least Significant Diferencie
<b>LFMN</b>	Ley Federal de Metrología y Normalización.
<b>MRC</b>	Material de Referencia Certificado.
<b>NIST</b>	National Institute of Standards and Technology.
<b>OTAN</b>	Organización del Tratado del Atlántico del Norte
<b>PHVA</b>	Planificar Hacer Verificar Actuar.
<b>rpm</b>	Revoluciones por minuto
<b>SCG</b>	Sistema de Gestión de la Calidad
<b>UACC</b>	Unidad de Aseguramiento de la Calidad.
<b>USAI</b>	Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación y a la Industria.

# ÍNDICE GENERAL

Abreviaturas y símbolos .....	vi
ÍNDICE GENERAL .....	vii
Índice de Tablas .....	ix
Índice de Gráficas.....	x
Índice de Esquemas .....	x
RESUMEN .....	xi
<b>CAPÍTULO 1 ANTECEDENTES.....</b>	<b>1</b>
<b>1.1 Historia de la Calidad.....</b>	<b>1</b>
1.1.1 Definición de Calidad .....	1
1.1.2 Origen de la Organización Internacional para la Estandarización y lineamientos ISO.....	2
<b>1.2 Certificación .....</b>	<b>5</b>
1.2.1 Concepto de Certificación. ....	5
1.2.2 Certificación en México. ....	5
<b>1.3 Acreditación .....</b>	<b>5</b>
1.3.1 Concepto de Acreditación. ....	5
1.3.2 Acreditación en el ámbito internacional. ....	6
<b>1.4 Acreditación México.....</b>	<b>7</b>
<b>CAPÍTULO 2 OBJETIVO, HIPÓTESIS Y PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA. ....</b>	<b>12</b>
<b>2.1 Objetivo General.....</b>	<b>12</b>
<b>2.2 Objetivos particulares. ....</b>	<b>12</b>
<b>2.3 Hipótesis.....</b>	<b>12</b>
<b>2.4 Planteamiento del Problema. ....</b>	<b>12</b>
<b>CAPÍTULO 3 MÉTODOS Y MATERIALES. ....</b>	<b>13</b>
<b>3.2 Metodología.....</b>	<b>14</b>
3.2.1 Introducción y reconocimiento de requisitos del Sistema de Gestión de la Calidad .....	14
3.2.2 Manejo de la Técnica.....	15
<b>CAPÍTULO 4 RESULTADOS.....</b>	<b>16</b>
<b>4.1 Calificación del equipo.....</b>	<b>16</b>
4.1.1 Calificación de Diseño.....	16
4.1.2 Calificación de Instalación. ....	18
4.1.3 Calificación de operación. ....	19
<b>4.2 Validación del método.....</b>	<b>23</b>

<b>4.2.1Medición de material de referencia certificado.....</b>	<b>23</b>
<b>CAPÍTULO 5. DISCUSIÓN .....</b>	<b>49</b>
<b>CAPÍTULO 6 CONCLUSIONES.....</b>	<b>51</b>
<b>Referencias.....</b>	<b>52</b>
<b>ANEXO A Manual de Calidad .....</b>	<b>54</b>

## Índice de Tablas

Tabla	13
1.Equipos.....	
Tabla	13
2.Materiales.....	
Tabla	13
3.Reactivos.....	
Tabla 4.Requisitos generales para la adquisición del equipo para la Determinación de Tamaño de Partículas.....	17
Tabla 5.Condiciones de Instalación.....	18
Tabla 6.Resultados de pruebas de operación.....	19
Tabla 7.Pruebas iniciales de operación para vía húmeda.....	19
Tabla 8.Pruebas iniciales de operación para vía seca.....	20
Tabla 9.Pruebas de desempeño para banda óptica de 9 $\mu\text{m}$ .....	21
Tabla 10.Pruebas de desempeño para banda óptica 1 $\mu\text{m}$ .....	22
Tabla 11.Pruebas de desempeño para banda óptica 0.3 $\mu\text{m}$ .....	22
Tabla 12.Pruebas de desempeño para vía seca.....	22
Tabla 13 Pruebas de desempeño para vía húmeda.....	23
Tabla 14. Resultados de análisis del MRC para vía seca en el laboratorio 1.....	25
Tabla 15.Especificaciones del MRC para vía seca 1.....	25
Tabla 16.Resultados de análisis del MRC para vía húmeda en el laboratorio 1.....	26
Tabla 17. Especificaciones del MRC para vía húmeda 1.....	26
Tabla 18. Resultados de análisis del MRC para vía seca en el laboratorio 2.....	26
Tabla 19. Especificaciones del MRC para vía seca 2.....	26
Tabla 20. Resultados de análisis del MRC para vía húmeda en el laboratorio 2.....	27
Tabla 21. Especificaciones del MRC para vía seca 2.....	27
Tabla 22.Resultados de análisis de Material Interno para repetibilidad Método 1.....	31
Tabla 23.Resultados de análisis de Material Interno para repetibilidad Método 2.....	32
Tabla 24. Resultados de análisis de Material Interno para reproducibilidad Método 1.....	33
Tabla 25. Resultados de análisis de Material Interno para reproducibilidad Método 2.....	34

## Índice de Gráficas.

Gráfico 1. Distribución del Tamaño de Partículas para pruebas iniciales de operación en vía húmeda.....	20
Gráfico 2. Distribución del Tamaño de Partículas para pruebas iniciales de operación en vía seca.....	20
Gráfico 3. Vía seca D(0.5) Grafico control.....	29
Gráfico 4. Vía Húmeda D(0.5) Grafico control.....	29
Gráfico 5. Caja y Bigote, variación en la velocidad de agitación para D(0.1).....	35
Gráfico 6. Caja y Bigote, variación en la velocidad de agitación para D(0.5).....	36
Gráfico 7. Caja y Bigote, variación en la velocidad de agitación para D(0.9).....	36
Gráfico 8. Caja y Bigote, variación en el medio de dispersión D(0.1).....	37
Gráfico 9. Caja y Bigote, variación en el medio de dispersión D(0.5).....	38
Gráfico 10. Caja y Bigote, variación en el medio de dispersión D(0.9).....	38
Gráfico 11. Caja y Bigote, variación en el método de dispersión D(0.1).....	39
Gráfico 12. Caja y Bigote, variación en el método de dispersión D(0.5).....	40
Gráfico 13. Caja y Bigote, variación en el método de dispersión D(0.9).....	40
Gráfico 14. Caja y Bigote, variación en la presión para D(0.1).....	41
Gráfico 15. Caja y Bigote, variación en la presión para D(0.5).....	42
Gráfico 16. Caja y Bigote, variación en la presión para D(0.9).....	42

## Índice de Esquemas

Esquema 1. Metodología de Implementación de la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas al Sistema de Gestión de Calidad.....	14
---	----



## RESUMEN

La Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación y a la Industria (USAI), es una unidad que ofrece servicios de tipo analítico de alto nivel, que se constituye como proyecto en 1994 para fundarse oficialmente el 1995, como parte de la División de Estudios de Posgrado de la Facultad de Química, de la Universidad Nacional Autónoma de México.

La USAI se caracteriza por brindar servicios analíticos con reconocimiento nacional e internacional por ello se ha comprometido en implementar y mantener un sistema de gestión de calidad con respecto a los requisitos que establecen la ISO 9001:2015 (NMX-CC-9001-IMNC-última versión) e ISO/IEC 17025:2017 (NMX-EC-17025-INMC -última versión).

El equipo para la Determinación de Tamaño de Partículas fue puesto en operación a partir de agosto de 2017 buscando incorporar esta técnica en el sistema de gestión de calidad y a su vez obtener la acreditación y certificación, por lo que durante el desarrollo de este proyecto se elaborarán los documentos necesarios para la inclusión de la técnica así como: los procedimientos técnicos necesarios, el manual del sistema de gestión de calidad con base a ISO /IEC 17025:2017 e ISO 9001:2015 y además se desarrollará la validación y verificación del instrumento.

La determinación del tamaño de partículas es una de las técnicas más utilizadas en la industria farmacéutica porque es fácil y rápida, se caracteriza por ser flexible para realizar diversas mediciones; pues puede adaptarse a una amplia gama de muestras, desde polvos, emulsiones y suspensiones.



## **CAPÍTULO 1 ANTECEDENTES**

### **1.1 Historia de la Calidad**

La calidad no es un tema nuevo, ha estado presente desde el siglo XIX hasta la actualidad y ha sido parte del desarrollo humano de acuerdo a las circunstancias y las necesidades de cada momento histórico.

En febrero de 1946 se estableció la Sociedad Estadounidense de Control de Calidad conocida por sus siglas en inglés como ASQC, esta entidad parte de la iniciativa de expertos y fabricantes que se enfocaron en realizar publicaciones, conferencias y cursos de capacitación dirigidos a la implementación de la calidad.

Aunque no consiguieron desplegar sus iniciativas en su totalidad; sí lograron generar un mayor interés en la comunidad sobre los temas de calidad, además muchos estudiosos como Edwards Deming, Joseph M. Juran, Philip B. Crosby, Kauro Ishikawa entre otros comenzaron a enfocarse en el área de tal manera que en la actualidad han sido nombrados “Filósofos de Calidad”<sup>(20)</sup>

#### **1.1.1 Definición de Calidad**

La calidad es un concepto difícil de delimitar pues puede referirse a diferentes aspectos de la actividad de una organización ya sea “el producto o servicio, el proceso, la producción o sistema de prestación del servicio o bien, entenderse como una corriente de pensamiento que impregna toda la empresa.”<sup>(5)</sup>

De acuerdo al enfoque de esta tesis y lo definido por la ISO 9000:2015 fundamentos y vocabulario la calidad se define como “el grado en que un conjunto de características inherentes de un objeto cumple con los requisitos”<sup>(14)</sup>



### 1.1.2 Origen de la Organización Internacional para la Estandarización y lineamientos ISO.

La Organización Internacional para la Estandarización conocida como ISO es una federación de alcance mundial con sede en Ginebra Suiza fundada en 1947, con la misión de promover el desarrollo de la estandarización internacional sin fines lucrativos.

La organización ha realizado diversas actividades a través del tiempo, adaptándose a las necesidades que surgían, enfocándose en las prácticas de aseguramiento de la calidad en empresas, muestreo estadístico e inspecciones.

A la par y con la necesidad de “Inspeccionar” y “Asegurar la Calidad” surge en Estados Unidos el esquema “MIL-Q-9858” el cual sería aplicado al sector bélico/militar, éste logró establecer los requerimientos que los proveedores debían de cumplir para ser auditables. Con base a “MIL-Q-9858” se establecerá un nuevo esquema conocido como MIL-I-45208 en USA, el cual fue diseñado con una alta especificidad para inspecciones.

Fue en 1962 que la Administración Nacional de Aeronáutica Espacial (NASA), establece criterios que los proveedores deberán cumplir para trabajar con dicha entidad.

Observando la importancia de dichos sistemas de aseguramiento de la calidad se implementan los Sistemas Nucleares con el esquema Nuclear 10 CFR 50 y 10 CFR parte 830.

Con el paso de los años se concluyó que la calidad no pertenecía solo a los sectores anteriormente descritos, por ello en 1966 se promueve la frase “la calidad es de todos” <sup>(4)</sup> gracias a la cual en 1968 la Organización del Tratado del Atlántico del Norte (OTAN) adopta las especificaciones AQAP que corresponde a “Allied Quality Assurance Procedures”.

Fue entonces que Canadá y la Unión Europea comenzaron a generar los esquemas de requerimientos para calificación de proveedores, debido a que fueron documentos elaborados de manera independiente, se generó la duplicidad, también dan paso al nacimiento del protocolo de auditoría de tercera parte.



Debido a los altos requisitos de inspeccionar, verificar y asegurar en 1974 Reino Unido publica una nueva guía normativa conocida como BS 5179 diseñada para el aseguramiento de la calidad. Se dio continuidad al proyecto y en 1979 se llegó al acuerdo que se publicó como BS 5750, este se basa principalmente en controlar y no en mejorar, esto generó mayores problemáticas, pues se establece que al escribir y cumplir con todos los procedimientos fijados se produce un servicio o producto de alta calidad, lo que es completamente erróneo.<sup>(9)</sup>

La idea de escribir y cumplir lo establecido solo asegura la repetibilidad y la conformidad con un estándar cuyo nivel será seleccionado por la propia empresa, es evidente que una organización jamás elegiría un nivel de alta dificultad o inalcanzable, por lo cual la empresa solo elige estándares que posean un nivel que sea alcanzable para los mismos.

A causa de ello surgen una serie de fallas difíciles de visualizar incluso para los expertos de aquellas épocas, debido a ello el Reino Unido decide implementar mejoras en BS 5750 destacando 4 aspectos tales como, colaboración de la industria y el gobierno, aumentó en el uso y aplicación de la normatividad, promover la aplicación de la normativa por requerimiento contractual y finalmente desarrollar y promover el esquema de certificación.

Finalmente en 1987 BS 5750 se convierte en la serie de normas ISO 9000 bajo la dirección de la organización Internacional para la Estandarización.<sup>(9)</sup>

Dicha norma tuvo un alto impacto, fue utilizada por diversas organizaciones alrededor del mundo que deseaban demostrar de forma consistente que sus productos y/o servicios tenían la calidad esperada.

Debido a su impacto en 1994 se realizan adecuaciones y cambios a la norma de tal manera que se obtendría la primera versión de ISO 9001 “Sistemas de Gestión de la Calidad-Requisitos” con un enfoque centrado en empresas a gran escala con un giro principal de industria de fabricación.



ISO 9001:1994 se destaca como un estándar más representativo que impulsa a la obtención de un mayor reconocimiento; posterior a ello se realizan cambios y actualizaciones hasta el año 2000.

En el surgimiento de esta nueva propuesta se eliminan los modelos ISO 9002:1994 e ISO 9003:1994 lo que permite a ISO 9001:2000 consolidarse como la norma de Gestión de la Calidad que apuesta por un enfoque basado en procesos internos y no en los requisitos, además se destaca la introducción de ocho principios básicos de la calidad, el término de mejora continua y un aumento en la compatibilidad con otras normas.

Aunque surge una nueva versión en 2008, con enfoque en la Gestión de la Calidad, esta versión no incorpora nuevos requisitos, si no cambios para aclarar requisitos ya existentes en la versión 2000.

Siete años más tarde surge la versión actual de la norma ISO 9001:2015 la cual refleja avances en la aplicación de la tecnología a los sistemas de calidad “facilitando el comercio mundial y promoviendo la armonización global”.<sup>(1)</sup>

La última versión define la gestión de calidad como las “actividades coordinadas para dirigir y controlar una organización con respecto a la calidad”<sup>(21)</sup> a su vez un sistema de gestión de calidad puede describirse como un “conjunto de elementos de una organización interrelacionados o que interactúan para establecer política, objetivos y procesos para lograr estos objetivos”<sup>(21)</sup>

De la conjunción de estos conceptos podemos describir al Sistema de Gestión de la Calidad como a un conjunto de normas y estándares que se interrelacionan para cumplir los requisitos de calidad de una empresa.

Además este sistema sirve como herramienta de apoyo a la organización, planeación, ejecución y control de las actividades que permiten la prestación de servicios todo en pro de la satisfacción al cliente.



ISO 9001:2015 es una norma que destaca por su enfoque en procesos a través del ciclo PHVA (Planificar-Hacer-Verificar-Actuar), elemento clave para las organizaciones que buscan implementar un Sistema de Gestión de Calidad.

## **1.2 Certificación**

### **1.2.1 Concepto de Certificación.**

La certificación se define como “el proceso por el cual se asegura que un producto proceso, sistema o persona se ajusta a las normas, lineamientos y recomendaciones de organismos dedicados a la normalización”.<sup>(11)</sup>

### **1.2.2 Certificación en México.**

En México existen alrededor de 90 organismos de certificación, los cuales se encargan de otorgar las diversas variedades de certificaciones, tales como: certificación de producto, certificación de servicio, certificación de proceso, certificación de sistemas y certificación de personas.

El IMNC es una asociación civil que tiene más de 25 años de experiencia en el ámbito de la certificación y normalización, además cuenta con un registro como Organismo Nacional de Normalización lo que le confiere autoridad para elaborar, autorizar, expedir y cancelar Normas Mexicanas de acuerdo a las necesidades de la demanda actual.

Este instituto realiza certificaciones en: productos hecho en México, turística, producto industrial, igualdad laboral, certificación de personas y sistemas de gestión de la calidad.

## **1.3 Acreditación**

### **1.3.1 Concepto de Acreditación.**

Se conoce como acreditación “al acto por el cual una entidad de acreditación reconoce la competencia técnica y la confiabilidad de los organismos de certificación de los laboratorios de ensayo, de los laboratorios de calibración y de las unidades de verificación para la evaluación de la conformidad”.<sup>(11)</sup>



### 1.3.2 Acreditación en el ámbito internacional.

Con el paso de los años se han desarrollado muchas normas enfocadas a la calidad, donde además de la ya mencionada serie de normas 9000, destaca la norma ISO/IEC 17025 “*General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*”.

ISO/IEC 17025 es una norma que se crea como producto de una amplia experiencia en la implementación de la guía ISO/IEC 1725 y la norma EN 45011 y a las cuales sustituirá ISO /IEC 17025:1999.

ISO/IEC 17025:1999 fue elaborada con la idea de esquematizar todos los requisitos que deberían de cumplir los laboratorios de ensayo y calibración, para demostrar que poseen un sistema de gestión de calidad y que a su vez son técnicamente competentes y capaces de generar resultados válidos.

La versión generada en 1999 hizo referencia las normas ISO:9002 e ISO:9003 que como se mencionó anteriormente fueron sustituidas por ISO:2000; a medida que surge esta nueva versión surge la necesidad de renovar la normatividad con lo cual se dio lugar a ISO/IEC 17025:2005.

Actualmente esta norma posee una versión más reciente emitida en el año 2017 y la cual será objeto de esta tesis.

Las instituciones son acreditadas por organizaciones internacionales reconocidos con base en las normas publicadas por el Comité de Evaluación de la Conformidad de la ISO (CASCO), cuyas guías y directrices se complementan por el Foro Internacional de Acreditación (IAF) y la Cooperación Internacional de Acreditación de Laboratorios ILAC.

Es importante destacar la existencia de organizaciones en América tal como la Cooperación Interamericana de Acreditación IAAC, para laboratorios de ensayo, calibración, unidades de verificación (Organismos de inspección) y organismos de certificación.

Otro claro ejemplo de ello es la PAC-Acreditación del Pacífico, una asociación regional que asocia a las organizaciones de acreditación de Asia Pacífico.



#### 1.4 Acreditación México.

Dentro de México comenzaron las actividades de acreditación de Organismos de la Evaluación de la Conformidad a través de la Dirección General de Normas de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial conocida actualmente como Secretaria de Economía.

Con el paso de los años surge la necesidad de ampliar el panorama económico ante la globalización, provocando que el 1 de julio de 1992 se publique la Ley Federal sobre Metrología y Normalización (LFMN) en el Diario Oficial de la Federación, posteriormente el 14 de Enero de 1999 se publica en el Diario Oficial de la Federación el Reglamento de la Ley Federal de Metrología y Normalización (RLFMN).

La LFMN establece en el artículo segundo que sus objetivos están basados en:

- a) Materia de Metrología.
- b) Materia de Normalización, certificación, acreditación y verificación.

La publicación de LFMN permitió modificar disposiciones legales, acto que dio pautas a la creación de la “Entidad Mexicana de Acreditación” conocida como ema a.c. una entidad de gestión privada de tercera parte que da inició a sus actividades como el primer órgano acreditador en México en 1999.

La ema a.c. se creó con el objetivo de brindar a la industria mexicana las herramientas para poder competir a nivel internacional, en lo concerniente al intercambio de productos, bienes y servicios.

Esta entidad se ha desarrollado en México pero además se destaca como miembro de la asociación de organismos de acreditación de América conocida como Cooperación Interamericana de Acreditación-IAAC, también forma parte del organismo regional PAC - Cooperación de Acreditación del Pacífico, de Organismos Validadores/Verificadores de Gases Efecto Invernadero (GEI) y de la Cooperación de Acreditación de laboratorios de Asia-Pacífico (APLAC).



El concepto de acreditación aplicado a un laboratorio debe demostrar la trazabilidad metrológica, la validación del método, y la calificación, que se describen a continuación.

#### **1.4.1 Trazabilidad Metrológica.**

Cuando hablamos de trazabilidad metrológica nos referimos a aquella “Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón, tal que esta pueda ser relacionada con referencias determinadas, generalmente nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones, teniendo establecidas las incertidumbres”<sup>(22)</sup>

La trazabilidad ha contribuido los últimos 30 años de manera significativa a los procesos de calidad, dentro del cual se encuentra la acreditación, pues su desarrollo correcto permite garantizar en gran medida la veracidad de los resultados.

Aunque el concepto de la trazabilidad hace referencia a una propiedad, cuando se realiza nos encontrarnos 6 características, que se describen como: cadena ininterrumpida de comparaciones, incertidumbre de medición, cumplimiento de la documentación, evidencia de la competencia, Referencia al Sistema Internacional de Unidades y Recalibraciones.

#### **1.4.2. Validación de métodos.**

La validación de un método es parte fundamental para garantizar el funcionamiento del mismo, se demuestra que los resultados son confiables, y con ello se obtiene la evidencia de que el método analítico cumple con los requisitos especificados tanto por el signatario como por el cliente.

La química analítica se ha empleado a lo largo de los años como herramienta para la caracterización de la materia, sin embargo la ampliación de fenómenos, conceptos y propiedades han conducido al desarrollo de métodos instrumentales.

Los parámetros de validación se seleccionan de acuerdo al tipo de medición analítica empleada, generalmente se describen como: porcentaje de recuperación o error relativo, límite de detección, límite de cuantificación, intervalo lineal y de trabajo, reproducibilidad, repetibilidad, sesgo o error, incertidumbre, sensibilidad, selectividad y robustez.



Sin embargo la validación analítica no está estrictamente restringida al uso total de dichos parámetros, pues debido a los avances de los métodos analíticos no es posible que todos den cumplimiento a los lineamientos.

La validación de acuerdo a los parámetros establecidos por ema a.c. puede realizarse de acuerdo al tipo de ensayo que se realice dentro de los cuales encontramos: “ensayo que involucra mediciones analíticas, ensayo que involucre mediciones físicas y un tercer caso donde se involucran procesos desarrollados por el laboratorio”<sup>(12)</sup>.

### **1.4.3 Calificación**

El proceso de calificación de instrumentos analíticos denominado CEIMA es un requisito primario para los instrumentos operados en laboratorios analíticos. El proceso de calificación del equipo se realiza como lo describe la “Guía sobre la calificación de equipo de instrumentos analíticos” publicada por el Centro Nacional de Metrología (CENAM) en abril del 2004 y disponible en línea en <https://www.gob.mx/cenam/documentos/consulte-nuestras-publicaciones-tecnicas?idiom=es>.

Dicho proceso establece las especificaciones operacionales del instrumento son apropiadas y que dicho instrumento se desempeña de acuerdo a esa especificación.

El proceso de calificación está basado en 4 etapas: “Calificación del Diseño (CD), Calificación de la Instalación (CI), Calificación de la Operación (CO), Calificación del Desempeño (C de D)”<sup>(12)</sup>.

#### **1.4.3.1 Calificación de Diseño.**

Durante esta etapa se demuestra que el equipo está diseñado de manera específica al propósito de su uso, es importante mencionar que la calificación del diseño, se realiza de manera anticipada incluso a la adquisición del equipo así como de la instalación.

Al establecer el propósito de uso se debe conocer a medida de lo posible el uso del instrumento, así como el uso operacional y funcional, cuyos requisitos consisten de acuerdo



a cada equipo y a groso modo para especificaciones operacionales en definir las características claves del desempeño, intervalo a los cuales se requiere operar el instrumento.

En cuanto a las especificaciones funcionales se consideran las especificaciones operacionales, así como factores relacionados con el uso.

#### **1.4.3.2 Calificación de Instalación.**

Esta etapa de la calificación involucra la instalación del equipo revisando que el instrumento, sus módulos y accesorios se han suministrado de acuerdo a las especificaciones realizadas por el usuario así como por el proveedor, así como las especificaciones ambientales acordes al uso del instrumento.

Cabe destacar que esta parte de la calificación puede ser realizada por un proveedor o por el usuario, sin embargo es importante que sea una persona competente y que lo realice acorde a las instrucciones del proveedor del instrumento.

#### **1.4.3.3 Calificación de Operación.**

A través de esta etapa se busca demostrar mediante evidencia documentada el funcionamiento de las especificaciones operacionales en el ambiente seleccionado, realizando dichas actividades a través de actividades bajo control del usuario.

#### **1.4.3.4 Calificación de Desempeño.**

El proceso demuestra que el instrumento se desempeña de acuerdo a la especificación para su uso rutinario, el cual debe ser descrito a través de manuales estándares de operación, mediante el cual además de describir la frecuencia y el requerimiento de la calificación del desempeño.

Esta etapa de la calificación puede ser incluida durante procesos o métodos de medición analítica, que a menudo es llamado de Prueba de Aptitud del Sistema (PAS), la cual demuestra que el desempeño del procedimiento de edición es apropiado para la medición en particular.



### **1.5. Principio de medida para Determinación de Tamaño de Partículas.**

El método consiste en la lectura de una muestra representativa, previamente dispersada en un agente adecuado, se pasa a través del haz de un láser. La luz láser se dispersa en diversos ángulos, el detector registra los valores numéricos que están relacionados con el patrón de dispersión. Cada partícula tendrá su propio patrón de dispersión característico, y el conjunto de estos será analizado a través de la teoría de Mie.

La determinación de tamaño de partícula es una técnica que permite conocer el tamaño y distribución de las partículas de muestras manométricas hasta milimétricas; el resultado obtenido son gráficas que evidencian la distribución de las partículas en la muestra.



## **CAPÍTULO 2 OBJETIVO, HIPÓTESIS Y PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.**

### **2.1 Objetivo General**

Modificar el sistema de gestión de la calidad de la USAII para la inclusión de la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas conforme a las normas ISO/IEC 17025:2017 e ISO 9001:2015.

### **2.2 Objetivos particulares.**

- ✚ Desarrollar un manual de calidad para la técnica de Determinación de tamaño de partículas.
- ✚ Conocer las políticas del sistema de gestión de la calidad de la USAII para incluir la técnica de Tamaño de Partículas.
- ✚ Establecer los parámetros analíticos para la validación de la técnica de determinación del tamaño de partículas.

### **2.3 Hipótesis.**

Si el laboratorio cuenta con la capacidad técnica para cumplir los requisitos de acuerdo a ISO 17025 e ISO 9001, entonces se puede certificar y acreditar la técnica de tamaño de partícula.

### **2.4 Planteamiento del Problema.**

La Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación y a la Industria (USAII), es una organización especializada en brindar servicios analíticos, que ha implementado un sistema de gestión de calidad, con base en los requisitos de las normas mexicanas ISO 9001:2015(NMX-CC-9001-IMNC-2015) e ISO/EC 17025:2017(NMX-EC-17025-IMNC-2018).

Este sistema permite a la unidad demostrar su competencia técnica y la validez de los resultados generados en dichas instalaciones; mismas donde desempeña la técnica de Determinación de Tamaño de Partícula, la cual abre las puertas de sus servicios en el año 2017 después de la adquisición del equipo Mastersizer 2000.

Basados en la necesidad de mejora y homogeneidad la unidad pretende incorporar al sistema de calidad dicha técnica, a través de la certificación y acreditación de la misma.



## CAPÍTULO 3 MÉTODOS Y MATERIALES.

### 3.1 Materiales

En las tablas 1, 2 y 3 se describen el equipo, material y reactivos empleados.

**Tabla 1.** Equipos.

Nombre	Marca	Modelo
MASTERZISER	Malvern	2000
Módulo de dispersión vía Húmeda	Malvern	Hydro 2000 s
Módulo de dispersión de vía Seca	Malvern	Scirocco 2000
Parrilla de agitación	Corning	Agit./Calent
Sonicador	Transsonic	310

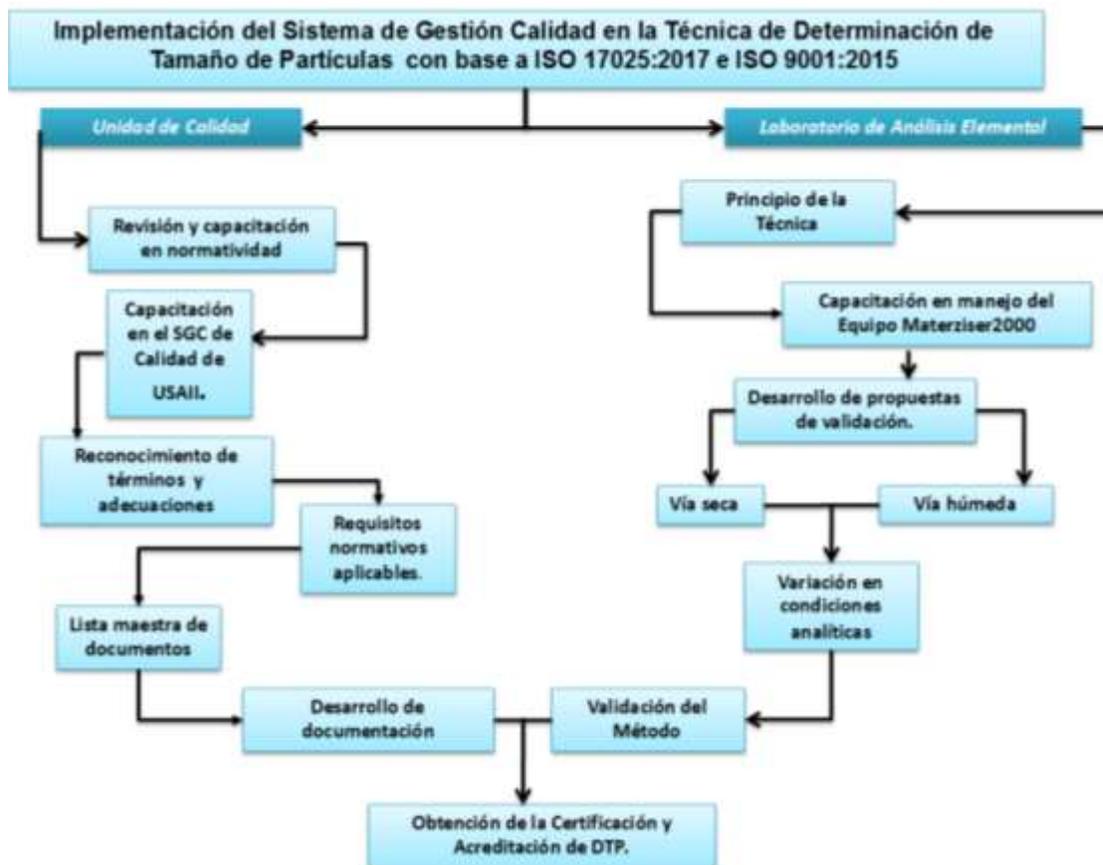
**Tabla 2.** Materiales

Nombre	Marca
Vasos de precipitado	Pyrex
Agitador Magnético	Spinbar
Mangueras de plástico	Masterflex 06409

**Tabla 3.** Reactivos

Nombre	Marca
Aceite Mineral (RA)	CONQUIMEX
Parafina Liquida (RA)	HYCEL
Agua destilada	NA
Agua desionizada	NA
Etanol(RA)	J.T.Baker
Tween 80(RA)	Sigma
Material de Referencia Certificado	Malvern
Talco	Olorex

### 3.2 Metodología



Esquema 1. Metodología de Implementación de la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas al Sistema de Gestión de Calidad.

#### 3.2.1 Introducción y reconocimiento de requisitos del Sistema de Gestión de la Calidad

Para la inclusión de la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas al Sistema de Gestión de Calidad se inicia con una capacitación en las normas mexicanas NMX-CC-9001-2015 y NMX-EC-17025-IMNC-2018 por parte de la Unidad Aseguramiento de la Calidad (UACC) de la USAII.

Una vez realizada la lectura e interpretación de las normas y se llevan a cabo sesiones de dudas sobre la interpretación y/o cumplimiento, posteriormente la UACC presenta el Sistema de Gestión de Calidad establecida en la USAII, donde además de otras actividades, se proporciona el Manual de Calidad, Procedimientos Administrativos de aplicación General y aquellos que sean utilizados en el área de Determinación de Tamaño de Partículas.



Tras el reconocimiento del Sistema se inicia la búsqueda de términos y actualizaciones a los pertinentes a la técnica así como un planteamiento de la adecuación conforme a los requisitos normativos.

Analizados los requisitos y planteamiento de cómo satisfacer a cada uno, se desarrolla la documentación que será incluida en el Sistema de Gestión de Calidad para la implementación de la técnica en cuestión.

### **3.2.2 Manejo de la Técnica**

Durante las actividades de implementación al Sistema de Gestión de Calidad además del desarrollo documental son necesarios los conocimientos técnicos por ello de manera simultánea a la introducción en el SGC, el signatario de laboratorio brinda la capacitación teórica-práctica respecto a la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas.

El signatario da inicio con el marco teórico y una vez concluida esta etapa evalúa los conocimientos adquiridos.

Posteriormente comienza la capacitación técnica, mostrando y explicando de manera detallada las funciones de MASTERSIZER 2000 y su software, para ambas vías de análisis húmeda y seca.

Tras llevar a cabo el desarrollo del método analítico en Mastersizer 2000 bajo la supervisión del signatario, se demuestra haber desarrollado las habilidades en la manipulación del equipo, se inician las determinaciones propuestas para el desarrollo de la validación de la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas, las cuales se describen de manera detallada en el desarrollo de esta tesis.

En el esquema 1 se describe la metodología empleada en la implementación del Sistema de Gestión de Calidad, en la Técnica de Determinación de Tamaño de Partículas.



## CAPÍTULO 4 RESULTADOS

### 4.1 Calificación del equipo

Calificación del equipo para la “Determinación de Tamaño de Partículas.”

A través de la calificación se demuestra que el equipo para la Determinación de Tamaño de Partículas funciona adecuadamente para el uso previsto en el diseño, instalación, operación y desempeño en las instalaciones del laboratorio de análisis elemental.

El proceso de calificación aplica para el equipo **Mastersizer 2000** empleado para la Determinación del Tamaño de Partículas bajo las condiciones de análisis desarrolladas por el laboratorio y como se describe en el manual del equipo y por las pruebas de verificación realizadas por el proveedor.

#### Datos del Instrumento

Mastersizer Marca: Malvern

Modelo: 2000

Número de inventario: s/n

- a) Banda Óptica. Número de serie: 34403-85.
- b) Modulo de dispersión vía húmeda (Hydro 2000s). Número de serie: 34364/95.
- c) Modulo de dispersión vía seca (Scirocco 2000). Número de serie: 34372/62.

#### **4.1.1 Calificación de Diseño.**

Para la evaluación de diseño el laboratorio considera las necesidades de información analítica propia, así como los requisitos siguientes:

**Tabla 4.** Requisitos generales para la adquisición del equipo para Determinación de Tamaño de Partículas.

Requisitos USAI	Malvern / Características.	Cumple	Observaciones
Determinación del tamaño y distribución de partículas manométricas hasta milimétricas.	Capacidad de detección desde 0.2 $\mu$ m hasta 2000 $\mu$ m.	Cumple	Ninguna
Muestras: Polvos, sólidos en suspensión, emulsiones y suspensiones.	a) Modulo de dispersión vía húmeda. b) Modulo de dispersión vía seca.	Cumple	Vía húmeda: No se hacen análisis en solventes orgánicos. Vía seca: Agente de dispersión aire.
Principio de operación: Difracción de láser.	Luz Roja: Helio Laser de neón. Luz azul: Fuente de luz estado sólido.	Cumple	Dispersión angular basada en una aproximación esférica.
Manual de operación del equipo.	Mastersizer 2000 Essentials.	Cumple	Ninguna
Manual de operación del software.	Mastersizer 2000 Essentials.	Cumple	Ninguna
Tamaño de muestra a analizar de 0.1 a 10 gramos.	Dispersión vía húmeda de bajo consumo de dispersante (150 mL). Dispersión vía seca con plato de 1 gramo hasta 15 gramos.	Cumple	Es dependiente de la vía de análisis, del dispersante y de la naturaleza de las muestras. Vía húmeda: 0.1 gramos a 1 gramos. Vía seca: 5 gramos a 10 gramos.
Disponibilidad de estándares.	Estándar Certificado de Referencia trazable al NIST.	Cumple	Ninguna
Servicio técnico y de soporte.	Soporte técnico de la marca disponible en México.	Cumple	Ninguna



#### 4.1.2 Calificación de Instalación.

La instalación de este equipo se llevó por etapas debido al acondicionamiento del laboratorio, describiéndose de la siguiente manera:

01 Mayo 2017. El equipo permaneció empacado hasta que el analista del laboratorio comienza a revisar y verificar el contenido. Se realiza instalación de la línea de aire comprimido.

16 Mayo 2017. Se realiza la instalación de la tarjeta en el laboratorio de análisis elemental.

22 Mayo 2017. Modificaciones en la tubería de la conexión entre la tarjeta y el módulo de vía húmeda.

25 Mayo 2017. Se instala la computadora y se realiza la conexión con el instrumento, a su vez se verifica la comunicación entre ambos. Las condiciones de instalación se resumen a:

**Tabla 5.** Condiciones de instalación.

Requisitos USAII	Malvern	Cumple	Observaciones
Entrega del equipo y accesorios que conforman el equipo.	Empaque adecuado a las necesidades del módulo.	Cumple	Ninguna.
Documentación.	Manuales en versión electrónica.	Cumple.	El equipo fue donado por Malvern.
Instalación del equipo por personal autorizado.	Instalación por el usuario.	Cumple	La instalación fue realizada por el signatario del laboratorio.
Equipo de cómputo y software.	Equipo DELL (Capacidad- 74.4 GB) impresora y Software con licencia).	Cumple	El equipo de cómputo es proporcionado por el laboratorio.
Voltaje 123-127 Volts Medido.	Voltaje nominal de 125 a 250 Volts.	Cumple	Registros en Informe de Calificación del equipo para la Determinación de Tamaño de Partículas.
Línea de aire comprimido 1 a 11 Bar.	5.5 a 8.0 Bar. Operar a 6.0 Bar.	Cumple	Ninguna.
Línea de agua corriente en tarjeta.	Línea de descarga de agua para limpieza.	Cumple	Ninguna.
Temperatura de laboratorio 23 a 25°C.	Temperatura de operación 10-35°C.	Cumple	Registros en Informe de Calificación del equipo para la Determinación de Tamaño de Partículas.
Humedad del laboratorio 60% -70%.	Humedad 10 % a 90%.	Cumple	Registros en Informe de Calificación del equipo para la Determinación de Tamaño de Partículas.



### 4.1.3 Calificación de operación.

Para demostrar que el instrumento funciona se realizaron las siguientes pruebas:

**Tabla 6.** Resultados pruebas de operación.

Requisitos USAII	Malvern.	Cumple	Observaciones
Evaluación en el sitio de uso.	Evaluación Vía Húmeda por el signatario del laboratorio 02/junio/2017 del equipo con el sistema computacional, así como uso del software.	Cumple	Registros en bitácoras.
Evaluación del instrumento.	Evaluación Vía Seca el signatario de laboratorio 05/junio/2017 del equipo con el sistema computacional, así como uso del software.	Cumple	Registros en bitácoras.

La evaluación de operación se realizó mediante el análisis de talco el cual será implementado como material de referencia interno una vez estandarizado el método. Los resultados de estas pruebas iniciales son:

### Dispersión Húmeda. Análisis 02 de junio 2017. Talco.

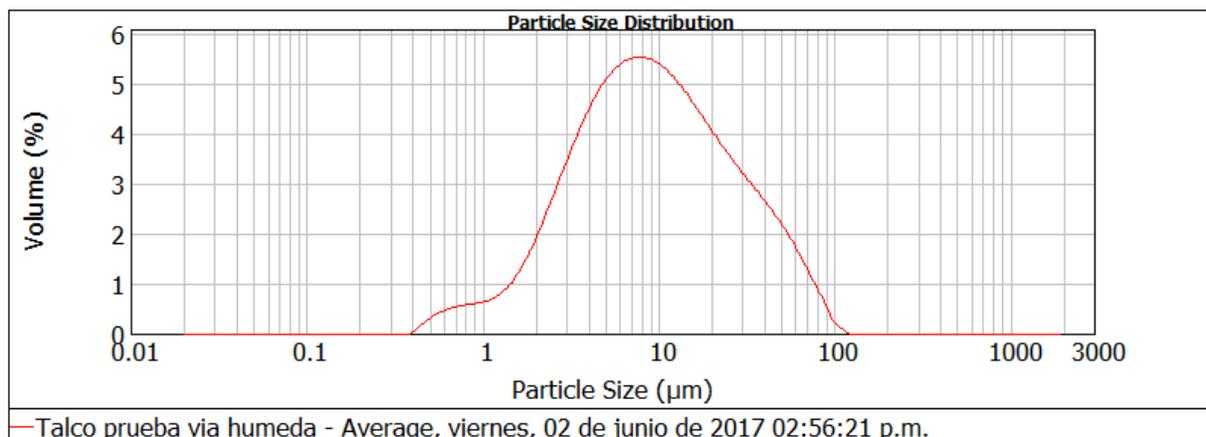
**Tabla 7:** Pruebas iniciales de operación para vía húmeda

Identificación	d(0.1)* $\mu\text{m}$	d(0.5)* $\mu\text{m}$	d(0.9)* $\mu\text{m}$	Oscuración	Residual
Talco (Lectura 1)	2.401	9.063	39.676	43.90	0.722
Talco (Lectura 2)	2.395	9.049	38.383	43.65	0.785
Talco (Lectura 3)	2.402	9.084	38.036	43.45	0.814
Talco (promedio)	2.399	9.066	38.688	43.67	0.774

\*Se adjuntan gráfico de medición.



**Gráfico 1.** Distribución del Tamaño de Partículas para pruebas iniciales de operación en vía húmeda.



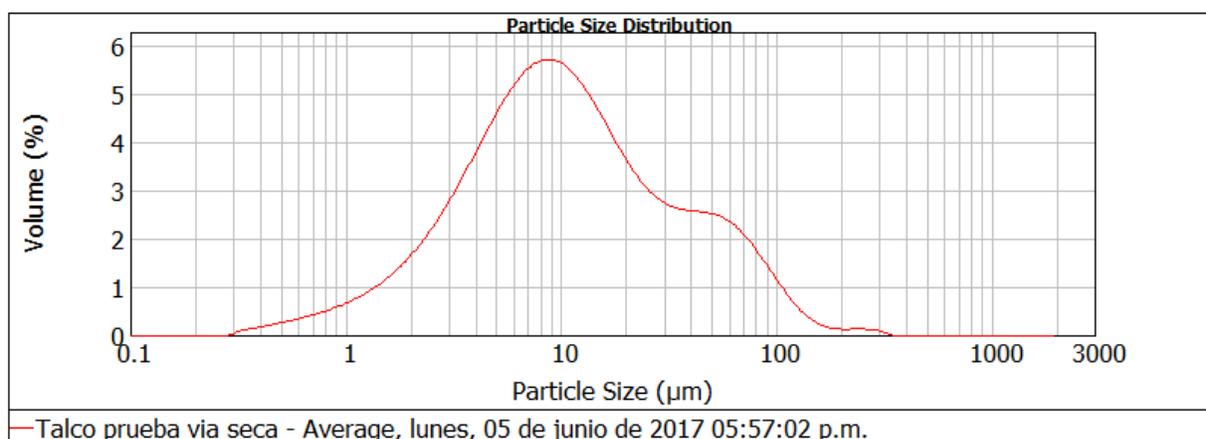
**Dispersión Seca. Análisis 05 de junio 2017, Talco.**

**Tabla 8:** Pruebas iniciales de operación para vía seca.

Identificación	d(0.1)* µm	d(0.5)* µm	d(0.9)* µm	Oscuración	Residual
Talco (Lectura 1)	2.47	10.024	54.763	8.00	1.175
Talco (Lectura 2)	2.481	10.062	55.132	7.98	1.349
Talco (Lectura 3)	2.481	10.057	54.782	8.12	1.362
Talco (promedio)	2.477	10.048	54.893	8.03	1.295

\*Se adjunta gráfico de medición.

**Gráfico 2.** Distribución del Tamaño de Partículas para pruebas iniciales de operación en vía seca.





Para la prueba de operación se consideran aceptables los resultados, pues el objetivo de esta prueba fue verificar el correcto funcionamiento del equipo y los módulos de dispersión, así como el software instalado en el equipo de cómputo.

#### 4.1.4 Calificación de desempeño.

Nuestro objetivo al realizar la calificación del desempeño es dar garantía de los resultados obtenidos en el instrumento, y si estos cumplen las especificaciones que solicita el laboratorio.

Se realiza la verificación del instrumento por parte del ingeniero de servicio durante el proceso se evaluó el correcto funcionamiento del equipo, los módulos de dispersión, el equipo de cómputo, así como las ventanas y detector además de la calibración.

La verificación incluye:

- Banda óptica
- Módulo de dispersión de vía húmeda (Hydro 2000S)
- Módulo de dispersión vía seca (Scirocco 2000)
- Laser (204 nm)

Estándar: MalSV08112017 Marca Malvern, Sample dispersión Units.

**Tabla 9.** Pruebas de desempeño para banda óptica 9 µm

9 µm (nominal)					
	Dv10	Dv50	Dv90	Resid%	Obsc%
Tol%	5.0%	2.0%	5.0%		
+Tol%	8.475	9.194	10.192	0.75%	13.00%
Target	8.072	9.014	9.707		
-Tol%	7.669	8.834	9.222	0.00%	7.00%
Results	<b>8.314</b>	<b>9.105</b>	<b>9.975</b>	<b>0.46%</b>	<b>8.37%</b>
	<b>2.998%</b>	<b>1.010%</b>	<b>2.761%</b>		
<b>Outcome</b>	Cumple	Cumple	Cumple	Cumple	Cumple

Tabla 10. Pruebas de desempeño para banda óptica 1  $\mu\text{m}$ .

1 $\mu\text{m}$ (nominal)					
	Dv10	Dv50	Dv90	Resid%	Obsc%
Tol%	5.0%	2.0%	5.0%		
+Tol%	0.970	1.035	1.184	1.50%	6.00%
Target	0.924	1.015	1.128		
-Tol%	0.878	0.995	1.072	0.00%	4.00%
Results	<b>0.925</b>	<b>1.012</b>	<b>1.123</b>	<b>1.28%</b>	<b>4.40%</b>
	<b>0.108%</b>	<b>-0.296%</b>	<b>-0.443%</b>		
<b>Outcome</b>	Cumple	Cumple	Cumple	Cumple	Cumple

Tabla 11. Pruebas de desempeño para banda óptica 0.3  $\mu\text{m}$ .

0.3 $\mu\text{m}$ (nominal)					
	Dv10	Dv50	Dv90	Resid%	Obsc%
Tol%	6.0%	3.0%	6.0%		
+Tol%	0.289	0.304	0.349	3.50%	4.50%
Target	0.273	0.296	0.330		
-Tol%	0.257	0.288	0.311	0.00%	2.50%
Results	<b>0.276</b>	<b>0.301</b>	<b>0.334</b>	<b>3.44%</b>	<b>2.57%</b>
	<b>1.099%</b>	<b>1.689%</b>	<b>1.212%</b>		
<b>Outcome</b>	Cumple	Cumple	Cumple	Cumple	Cumple

**Módulo de dispersión vía húmeda Scirocco 2000.**

Estándar: MalSV08112017-Marca Malvern, Sample dispersión Units, Lote: 292727.

Tabla 12. Pruebas de desempeño para vía seca.

	Dv10	Dv50	Dv90
<b>Tol% plus</b>	5.0%	3.0%	5.0%
<b>Tol % minus</b>	5.0%	3.0%	5.0%
<b>+Tol%</b>	40.487	65.156	94.517
<b>Target</b>	38.559	63.258	90.016
<b>-Tol%</b>	36.631	61.360	85.515
Results	<b>39.405</b>	<b>64.566</b>	<b>91.240</b>
	<b>2.1940%</b>	<b>2.0677%</b>	<b>1.3598%</b>
<b>Check</b>	<b>PASS</b>	<b>PASS</b>	<b>PASS</b>
<b>OBSC%</b>	0.63%	0.50%<6.0%	<b>PASS</b>
<b>RESIDUAL %</b>	0.18%	<2.0%	<b>PASS</b>
<b>OQ Pass or fail:</b>	<b>PASS</b>		

**Módulo de dispersión vía húmeda (Hydro 2000 S).**

Estándar: MalSV08112017-Marca Malvern, Sample dispersión Units, Lote: 163545.

**Tabla 13.** Pruebas de desempeño de vía húmeda

	<b>Dv10</b>	<b>Dv50</b>	<b>Dv90</b>
Tol% plus	5.0%	3.0%	5.0%
Tol % minus	5.0%	3.0%	5.0%
+Tol%	38.391	62.415	92.780
Target	36.563	60.597	88.362
-Tol%	34.735	58.776	83.944
Results	37.366	61.506	90.839
	2.1962%	1.5001%	2.8032%
<b>Check</b>	<b>PASS</b>	<b>PASS</b>	<b>PASS</b>
<b>OBSC%</b>	14.90%	13.23%<25.0%	<b>PASS</b>
<b>RESIDUAL %</b>	0.28 %	<2.0%	<b>PASS</b>
<b>OQ Pass or fail:</b>		<b>PASS</b>	

Se puede concluir que los resultados obtenidos mediante la realización de las diferentes pruebas en el equipo “Mastersizer 2000” demuestran el buen funcionamiento, operación y desempeño de éste y muestran que es adecuado para la realización de la prueba de determinación de tamaño de partículas por vía seca o por vía húmeda.

**4.2 Validación del método**

Se presenta la descripción y desarrollo de las actividades involucradas en la validación del método para la Determinación de Tamaño de Partículas por Difracción Laser del laboratorio H 132 de la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación y a la Industria (USAII).

**4.2.1 Medición de material de referencia certificado.**

Los resultados de este procedimiento son válidos en las instalaciones de la unidad y mediante el uso del siguiente instrumento:



- Mastersizer marca Malvern modelo 2000
  - Módulo de dispersión vía húmeda (Hydro 2000s).
  - Módulo de dispersión vía seca (Scirocco 2000).

El empleo de material de referencia certificado (MRC) es la forma más confiable para garantizar que un método es válido. El laboratorio cuenta con dos MRC adquiridos con trazabilidad al NIST.

Los estándares son:

- ✓ BAS3001-B Marca Malvern, Sample dispersión Units, no caduca (Estándar para vía húmeda).
- ✓ BAS30002 Marca Malvern, Sample dispersión Units, no caduca (Estándar para vía seca).

### DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO EMPLEADO

El método empleado es el sugerido por el MRC para su análisis. Se realizaron dos determinaciones por triplicado, bajo las siguientes condiciones analíticas:

<b>Método 1:</b>	<i>Dispersión Húmeda</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0,02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Hydro 2000S</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>Single narrow mode (spherical)</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Agua destilada</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.330</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.520</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Irregular</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>3000 rpm</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>15 seg</i>
<b>Tiempo de medición</b>	<i>10 seg</i>
<b>Intervalo de obscuración:</b>	<i>13.23 – 25.0 %</i>
<b>Residual:</b>	<i>≤ 2.0%</i>



<b>Método 2:</b>	<i>Dispersión Seca</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0.02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Scirocco 2000</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>Single narrow mode (spherical)</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Aire</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.000</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.52</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Spherical</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>Presión 2 bar, 30% de alimentación de plato</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>5.0 seg</i>
<b>Tiempo de medición</b>	<i>0.5 seg</i>
<b>Intervalo de oscurecimiento:</b>	<i>0.5-6.0%</i>
<b>Residual:</b>	<i>≤ 2%</i>

## Resultados de la Validación

Los valores obtenidos de cada medición se resumen en las siguientes tablas:

### Dispersión Seca. Análisis 24 de mayo 2018. Vial 299698.

**Tabla 14.** Resultados del análisis del MRC para vía seca en el laboratorio 1.

Identificación	D(0.1)* $\mu\text{m}$	D(0.5)* $\mu\text{m}$	D(0.9)* $\mu\text{m}$	Oscurecimiento	Residual
QAS3002 (Lectura 1)	40.443	65.622	91.764	0.88	0.342
QAS3002 (Lectura 2)	39.446	63.878	90.436	0.70	0.302
QAS3002 (Lectura 3)	38.084	62.237	88.742	0.87	0.315
QAS3002 (promedio)	39.226	63.924	90.354	0.82	0.320

Dónde:

D (0.1): El diámetro en volumen al 10% del total de la distribución.

D (0.5): El diámetro en volumen al 50% del total de la distribución

D (0.9): El diámetro en volumen al 90% del total de la distribución

**Tabla 15:** Especificaciones del MRC para vía seca 1.

Identificación	D(0.1)* $\mu\text{m}$	D(0.5)* $\mu\text{m}$	D(0.9)* $\mu\text{m}$
Límite inferior	36.631	61.360	85.515
Valor esperado	38.559	63.258	90.016
Límite superior	40.487	65.156	94.517
Lectura	39.226	63.924	90.354
<b>Criterio</b>	<b>Cumple</b>	<b>Cumple</b>	<b>Cumple</b>

**Dispersión Húmeda. Análisis 25 de mayo 2018. Vial 168805.****Tabla 16.** Resultados del análisis del MRC para vía húmeda en el laboratorio 1.

Identificación	D(0.1)* $\mu\text{m}$	D(0.5)* $\mu\text{m}$	D(0.9)* $\mu\text{m}$	Oscuración	Residual
QAS3001B (Lectura 1)	37.693	60.733	89.349	17.27	0.284
QAS3001B (Lectura 2)	37.552	60.667	89.298	17.37	0.275
QAS3001B (Lectura 3)	37.514	60.651	89.216	17.44	0.264
QAS3001B (promedio)	37.586	60.684	89.136	17.36	0.274

**Tabla 17:** Especificaciones del MRC para vía húmeda .

Identificación	D(0.1)* $\mu\text{m}$	D(0.5)* $\mu\text{m}$	D(0.9)* $\mu\text{m}$
Límite inferior	34.735	58.779	83.944
Valor esperado	36.563	60.597	88.362
Límite superior	38.391	62.415	92.780
Lectura	<b>37.586</b>	<b>60.684</b>	<b>89.136</b>
<b>Criterio</b>	<b>Cumple</b>	<b>Cumple</b>	<b>Cumple</b>

**Dispersión Seca. Análisis 05 de septiembre 2018. Vial 299486.****Tabla 18.** Resultados del análisis del MRC para vía seca en el laboratorio 2.

Identificación	D(0.1)* $\mu\text{m}$	D(0.5)* $\mu\text{m}$	D(0.9)* $\mu\text{m}$	Oscuración	Residual
QAS3002 (Lectura 1)	41.237	65.566	91.686	0.83	0.173
QAS3002 (Lectura 2)	37.665	61.607	88.186	0.87	0.376
QAS3002 (Lectura 3)	37.766	62.044	89.306	0.59	0.408
QAS3002 (promedio)	38.695	63.106	89.771	0.77	0.319

**Tabla 19.** Especificaciones del MRC para vía seca 2.

Identificación	D(0.1)* $\mu\text{m}$	D(0.5)* $\mu\text{m}$	D(0.9)* $\mu\text{m}$
Límite inferior	36.631	61.360	85.515
Valor esperado	38.559	63.258	90.016
Límite superior	40.487	65.156	94.517
Lectura	38.695	63.106	89.771
<b>Criterio</b>	<b>Cumple</b>	<b>Cumple</b>	<b>Cumple</b>

**Dispersión Húmeda. Análisis 04 de septiembre 2018. Vial 169044.****Tabla 20.** Resultados del análisis del MRC para vía húmeda en el laboratorio 2.

Identificación	D(0.1)* $\mu\text{m}$	D(0.5)* $\mu\text{m}$	D(0.9)* $\mu\text{m}$	Oscuración	Residual
QAS3001B (Lectura 1)	38.110	60.825	91.029	15.13	0.349
QAS3001B (Lectura 2)	38.295	61.17	91.857	15.44	0.425
QAS3001B (Lectura 3)	38.433	61.403	92.124	15.59	0.422
QAS3001B (promedio)	38.277	61.132	91.672	15.39	0.399

**Tabla 21.** Especificaciones del MRC para vía húmeda 2.

Identificación	D(0.1)* $\mu\text{m}$	D(0.5)* $\mu\text{m}$	D(0.9)* $\mu\text{m}$
Límite inferior	34.735	58.779	83.944
Valor esperado	36.563	60.597	88.362
Límite superior	38.391	62.415	92.780
Lectura	<b>38.277</b>	<b>61.132</b>	<b>91.672</b>
<b>Criterio</b>	<b>Cumple</b>	<b>Cumple</b>	<b>Cumple</b>

**4.2.2 Medición de Material Interno (Gráficos de control).**

Como control de calidad adicional al análisis de MRC se analizó talco tanto en vía seca como en vía húmeda con el objetivo de generar gráficos de control.

**DESCRIPCION DEL MÉTODO ANALÍTICO EMPLEADO**

<b>Método 1:</b>	<i>Dispersión Húmeda</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0,02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Hydro 2000S</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>General purpose</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Agua destilada</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.330</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.520</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Irregular</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>2000 rpm</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>10 seg</i>
<b>Tiempo de medición</b>	<i>10 seg</i>
<b>Intervalo de oscurecimiento:</b>	<i>10 – 2.0 %</i>
<b>Residual:</b>	<i><math>\leq 10\%</math></i>



El método empleado es el desarrollado por el laboratorio. Se realizó una determinación por triplicado por cada método en el instrumento.

El método 1 consiste en pesar 50 mg de talco y dispersar en 25 mL de agua destilada, colocar a un minuto de agitación en la parrilla magnética y posteriormente por un minuto someter a ultrasonido y adicionar por goteo hasta obtener una oscuración entre el 10 y el 20%.

El método 2 consiste en adicionar 3 gramos de talco en el plato de scirocco y acondicionar el equipo a las condiciones establecido por el método.

Para el análisis e identificación de tendencias solo se grafica el valor de D (0.5). Las gráficas resultantes que se obtienen son las que se ejemplifican a continuación:

<b>Método 2:</b>	<i>Dispersión Seca</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0.02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Scirocco 200</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>General purpose</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Aire</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.000</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.52</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Irregular</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>Presión 2 bar, 40% de alimentación de plato</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>1 seg</i>
<b>Tiempo de medición</b>	<i>1 seg</i>
<b>Intervalo de oscuración:</b>	<i>1-15%</i>
<b>Residual:</b>	<i>≤ 10%</i>



Gráfico 3: Vía Seca D (0.5) Gráfico Control.

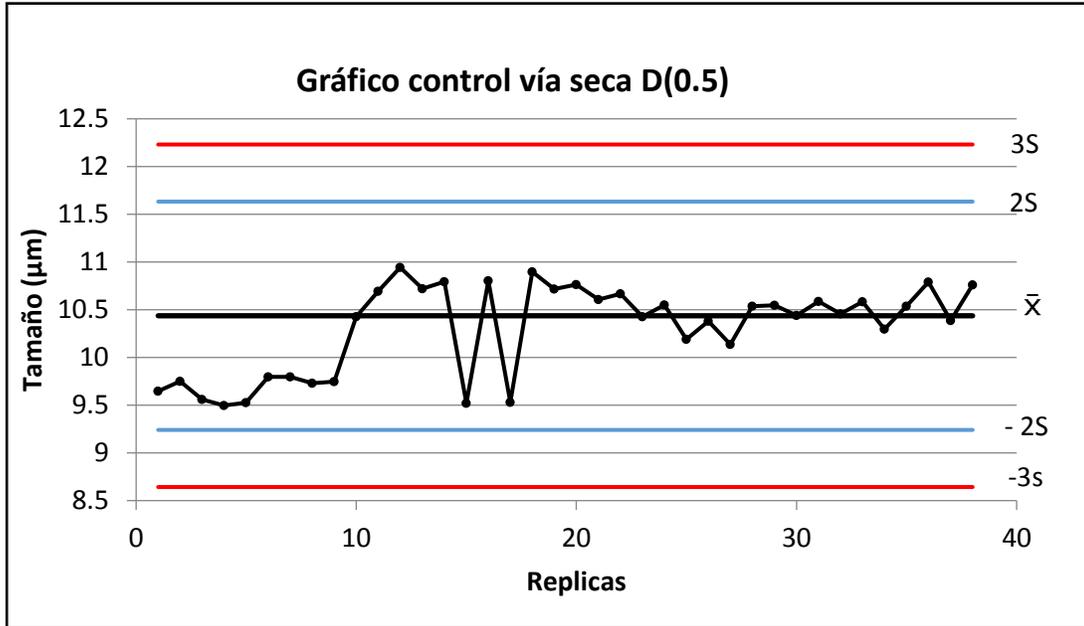
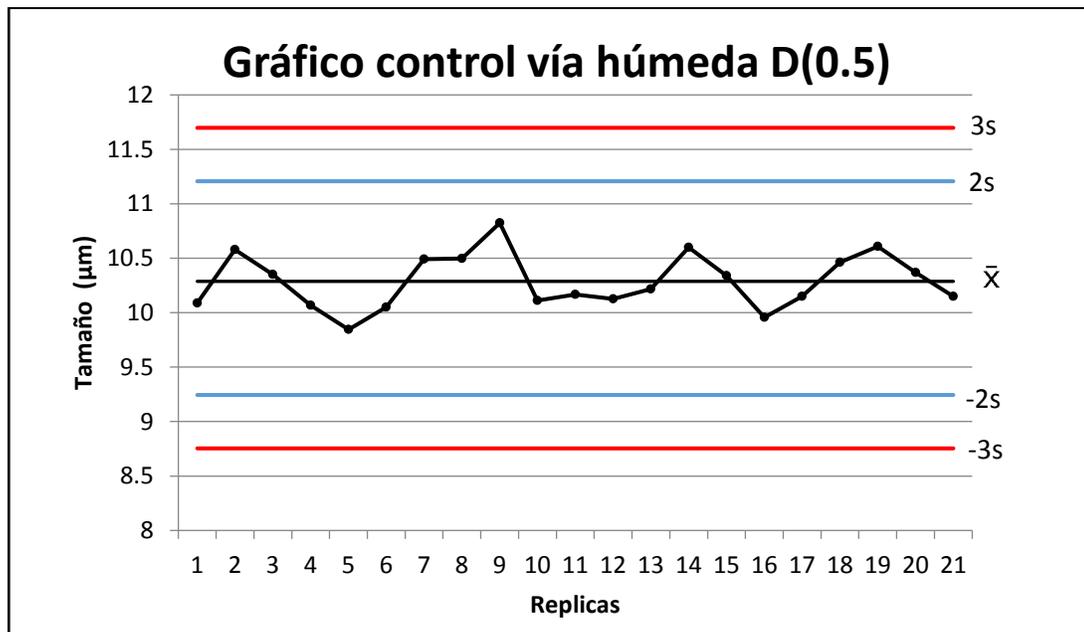


Gráfico 4: Vía Seca D (0.5) Gráfico Control.



Si el promedio del análisis de talco cumple con el criterio de aceptación (dentro del valor 3s), se considera que los resultados son válidos y el equipo se encuentra funcionando adecuadamente.



### 4.2.3 Precisión

Precisión de medida hacemos referencia a la “proximidad entre los valores medidos obtenidos en mediciones repetidas de un mismo objeto u objetos similares”<sup>(6)</sup>, dentro de las medidas más comunes de la precisión encontramos a la repetibilidad y a la reproducibilidad.

La repetibilidad está directamente relacionada con la posibilidad de obtener resultados cercanos entre sí, de tal manera que la precisión sea elevada.

Durante la validación de la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas se efectuarán los métodos bajo condiciones de reproducibilidad de medición, es decir: mismo procedimiento de medición, mismo observador, mismo instrumento de medición, mismas condiciones de análisis y una repetición de las determinaciones en un periodo corto de tiempo dentro de lo cual se considera el mismo día de análisis.

El estudio de la repetibilidad para técnica de Determinación de Tamaño de Partículas a través del análisis del Material Interno en condiciones repetibilidad

<b>Método 1:</b>	<i>Dispersión Húmeda</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0,02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Hydro 2000S</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>General purpose</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Agua destilada</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.330</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.520</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Irregular</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>2000 rpm</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>10 seg</i>
<b>Tiempo de medición</b>	<i>10 seg</i>
<b>Intervalo de obscuración:</b>	<i>10 – 2.0 %</i>
<b>Residual:</b>	<i>≤ 10%</i>
<b>Fecha de análisis</b>	<i>14 de Junio de 2018</i>

**Tabla 22.** Resultados de análisis de Material Interno para repetibilidad Método 1.

Identificación	D(0.1)	D(0.5)	D(0.9)	Oscuración	Residual
<b>Talco 1</b>	3.009	11.442	44.224	12.72	0.776
<b>Talco 2</b>	3.009	11.523	43.703	12.25	0.798
<b>Talco 3</b>	3.022	11.594	43.023	12.03	0.792
<b>Talco 4</b>	3.013	11.52	43.645	12.33	0.789
<b>Talco 5</b>	2.809	12.13	42.559	12.25	0.789
<b>Talco 6</b>	2.889	12.403	42.563	11.76	0.802
<b>Talco 7</b>	2.939	12.651	42.895	11.32	0.798
<b>Talco 8</b>	2.878	12.395	42.673	11.78	0.796
<b>Talco 9</b>	3.040	11.524	41.944	12.07	0.8
<b>Talco 10</b>	3.136	12.038	43.141	11.29	0.812

Desviación Estándar de repetibilidad en vía húmeda:

**$DE_{D(0.1)}$ :** 0.09531492

**$DE_{D(0.5)}$ :** 0.45466031

**$DE_{D(0.9)}$ :** 0.66946662

<b>Método 2:</b>	<i>Dispersión Seca</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0.02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Scirocco 2000</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>General purpose</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Aire</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.000</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.52</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Irregular</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>Presión 2 bar, 40% de alimentación de plato</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>1 seg</i>
<b>Tiempo de medición:</b>	<i>1 seg</i>
<b>Intervalo de oscurecimiento:</b>	<i>1-15%</i>
<b>Residual:</b>	<i>≤ 10 %</i>
<b>Fecha de análisis:</b>	<i>14 de Junio de 2018</i>



Tabla 23. Resultados de análisis de Material Interno para repetibilidad Método 2.

Identificación	D(0.1)	D(0.5)	D(0.9)	Oscuración	Residual
Talco 01	2.029	7.935	42.005	7.37	1.909
Talco 02	2.037	7.949	41.86	7.36	1.965
Talco 03	2.082	8.066	41.603	10.15	2.05
Talco 04	2.042	7.953	41.571	7.92	2.078
Talco 05	2.054	7.989	41.679	8.47	2.031
Talco 06	2.137	8.425	41.234	5.63	1.391
Talco 07	2.205	8.621	41.173	7.36	1.42
Talco 08	2.168	8.491	41.473	6.6	1.716
Talco 09	2.169	8.513	41.626	6.53	1.509
Talco 10	2.149	8.388	41.763	5.84	0.721

Desviación Estándar de repetibilidad en vía seca:

$$DE_{D(0.1)}: 0.06538399$$

$$DE_{D(0.5)}: 0.27722474$$

$$DE_{D(0.9)}: 0.25784537$$

En cuanto a la reproducibilidad el laboratorio utiliza la muestra interna para la obtención de datos por 10 días en el periodo de 30 de Julio al 10 de Agosto.

<b>Método 1:</b>	<i>Dispersión Húmeda</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0,02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Hydro 2000S</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>General purpose</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Agua destilada</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.330</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.520</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Irregular</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>2000 rpm</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>10 seg</i>
<b>Tiempo de medición</b>	<i>10 seg</i>
<b>Intervalo de oscurecimiento:</b>	<i>10 – 2.0 %</i>
<b>Residual:</b>	<i>≤ 10%</i>

**Tabla 24.** Resultados de análisis de Material Interno para reproducibilidad Método 1.

<b>Identificación</b>	<b>D(0.1)</b>	<b>D(0.5)</b>	<b>D(0.9)</b>	<b>Oscuración</b>	<b>Residual</b>
<b>Talco día 1</b>	42.48	9.881	2.627	14.17	0.858
<b>Talco día 2</b>	42.868	9.836	2.612	14.24	0.849
<b>Talco día 3</b>	42.199	9.861	2.616	14.25	0.856
<b>Talco día 4</b>	44.903	10.47	2.702	14.15	0.815
<b>Talco día 5</b>	44.569	10.434	2.697	14.16	0.829
<b>Talco día 6</b>	44.238	10.42	2.696	14.16	0.835
<b>Talco día 7</b>	43.271	10	2.65	11.16	0.807
<b>Talco día 8</b>	43.636	9.968	2.644	11.01	0.826
<b>Talco día 9</b>	43.198	9.955	2.646	11.16	0.807
<b>Talco día 10</b>	43.403	9.97	2.687	11.15	0.822

Desviación Estándar de la reproducibilidad en vía húmeda:

<b>DE<sub>D(0.1)</sub>:</b>	0.90849093
<b>DE<sub>D(0.5)</sub>:</b>	0.24769314
<b>DE<sub>D(0.9)</sub>:</b>	0.03335212

<b>Método 2:</b>	<i>Dispersión Seca</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0.02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Scirocco 2000</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>General purpose</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Aire</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.000</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.52</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Irregular</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>Presión 2 bar, 40% de alimentación de plato</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>1 seg</i>
<b>Tiempo de medición:</b>	<i>1 seg</i>
<b>Intervalo de oscuración:</b>	<i>1-15%</i>
<b>Residual:</b>	<i>≤ 10%</i>



Tabla 25. Resultados de análisis de Material Interno para reproducibilidad Método 2.

Identificación	D(0.1)	D(0.5)	D(0.9)	Oscuración	Residual
Talco 001	2.381	9.651	36.631	6.85	1.584
Talco 002	2.385	9.662	36.634	6.08	1.539
Talco 003	2.397	9.61	36.745	7.35	1.761
Talco 004	2.412	9.692	36.67	6.76	1.628
Talco 005	2.359	9.509	37.993	7.41	1.501
Talco 006	2.331	9.446	38.217	5.45	1.229
Talco 007	2.402	9.651	38.085	4.7	1.513
Talco 008	2.383	9.558	38.097	5.85	1.414
Talco 009	2.298	9.232	38.034	7.28	1.985
Talco 010	2.381	9.333	37.741	6.39	1.753

Desviación Estándar de la reproducibilidad en vía seca:

$$DE_{D(0.1)}: 0.03479288$$

$$DE_{D(0.5)}: 0.15457842$$

$$DE_{D(0.9)}: 0.711860637$$

#### 4.2.4 Robustez

Por definición la robustez es la capacidad de una técnica de permanecer inalterada por variaciones deliberadas de los parámetros de esta misma. Puede ser establecida para métodos desarrollados internamente, métodos adaptados de la literatura científica y métodos publicados por organismos de normalización usados fuera del alcance especificado en el método estándar.

Durante las pruebas de validación de la técnica se realiza una serie de análisis con la muestra interna, los cuales se caracterizan por presentar las posibles variaciones de las condiciones al método propuesto por el laboratorio.

Las determinaciones fueron realizadas para ambos métodos de dispersión: vía húmeda y vía seca y se describen a continuación.



### Vía Húmeda

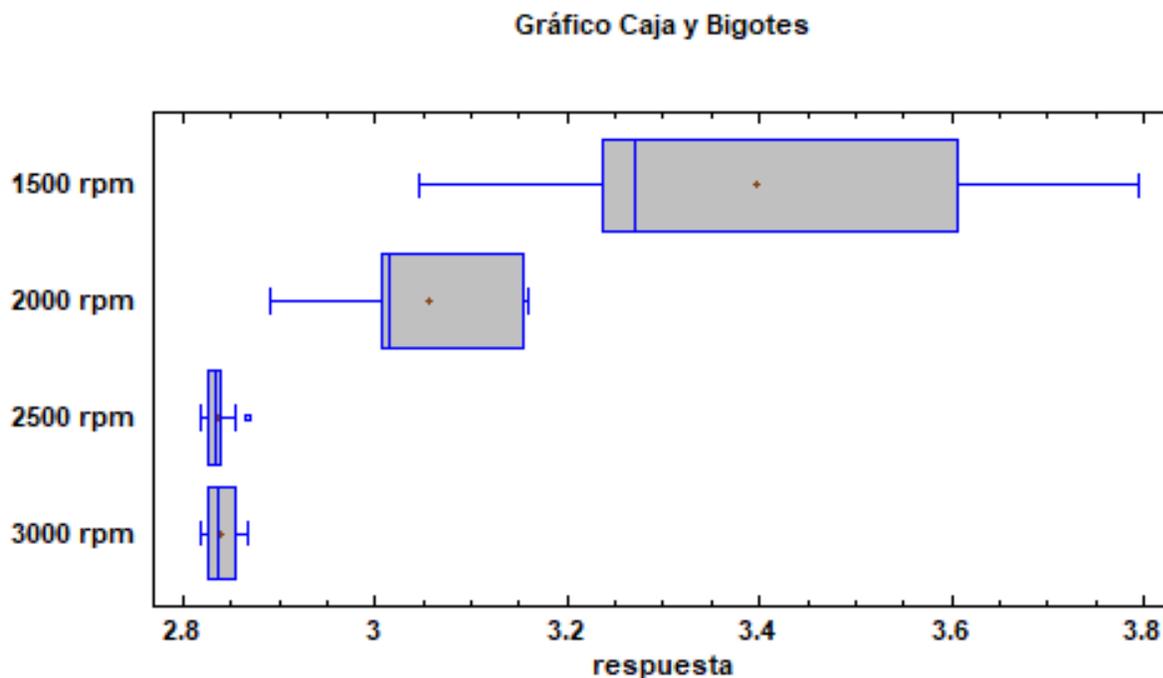
En este vía se realizaron 3 variaciones, las cuales describimos a continuación.

#### a) Variación en la velocidad de agitación, cambio de revoluciones por minuto (rpm).

Condiciones del análisis.

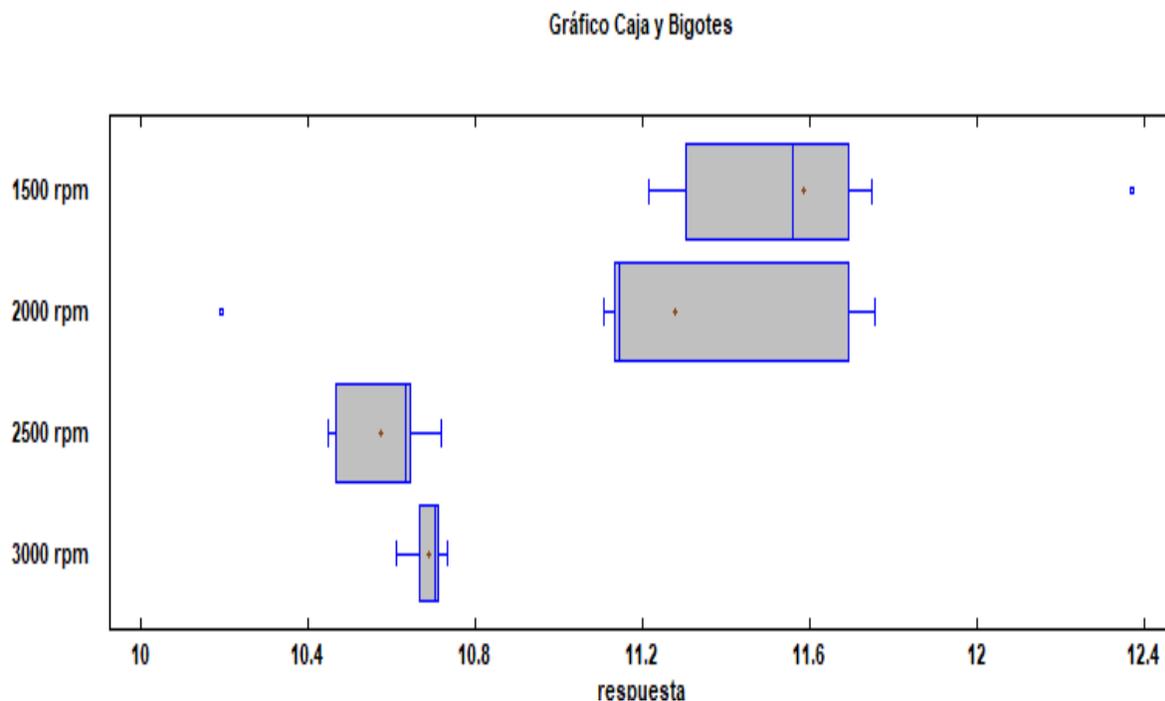
<b>Método 1:</b>	<i>Dispersión Húmeda</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0,02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Hydro 2000S</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>General purpose</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Agua destilada</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.330</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.520</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Irregular</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>Variable(1500,2000,2500,3000 rpm)</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>10 seg</i>
<b>Tiempo de medición</b>	<i>10 seg</i>
<b>Intervalo de obscuración:</b>	<i>10 – 2.0 %</i>
<b>Residual:</b>	<i>≤ 10%</i>

Gráfico 5. Caja y Bigote, variación en la velocidad de agitación para D (0.1).

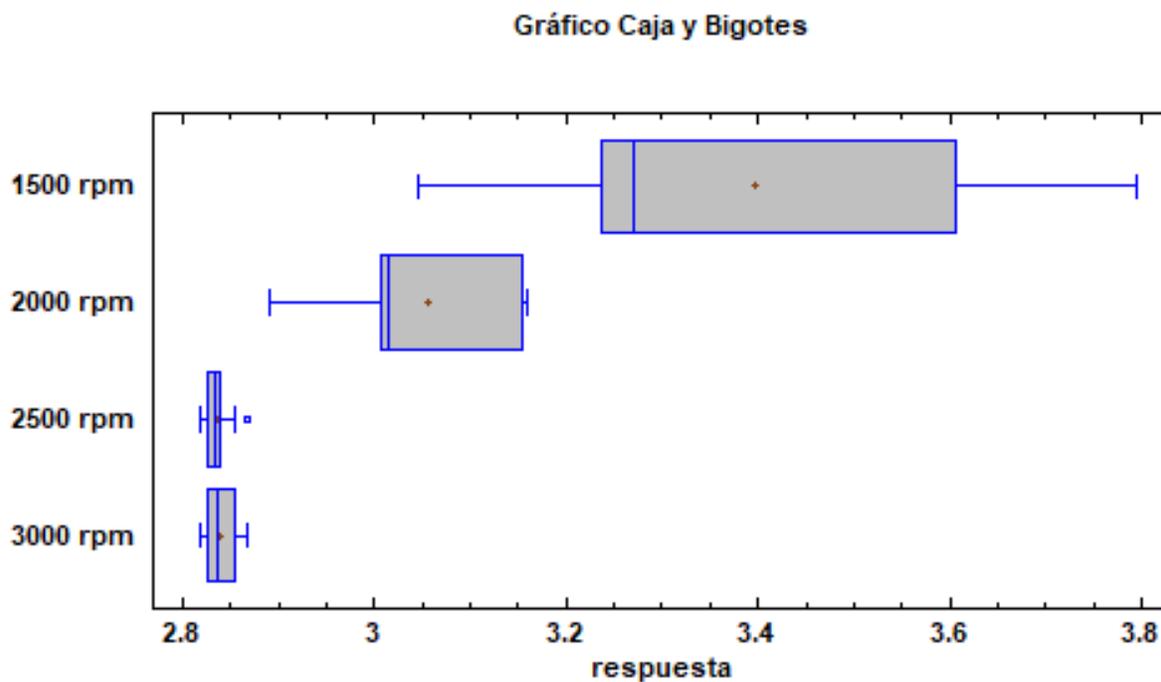




Grafica 6. Caja y Bigote, variación en la velocidad de agitación para D(0.5).



Gráfica 7. Caja y Bigote, variación en la velocidad de agitación para D(0.9).





**b) Cambios en los medios de dispersión .**

Se realizaron cambios en el medio de dispersión utilizando: agua destilada, etanol, agua con tween 80 y fosfato de sodio ( $\text{Na}_3\text{PO}_4$ ).

Condiciones del análisis.

<b>Método 1:</b>	<i>Dispersión Húmeda</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0,02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Hydro 2000S</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>General purpose</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Medio de dispersión variable</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.330</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.520</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Irregular</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>2000 rpm</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>10 seg</i>
<b>Tiempo de medición</b>	<i>10 seg</i>
<b>Intervalo de obscuración:</b>	<i>10 – 2.0 %</i>
<b>Residual:</b>	<i><math>\leq 10\%</math></i>

**Grafico 8.Caja y Bigote, variación en el medio de dispersión para D(0.1).**

**Gráfico Caja y Bigotes**

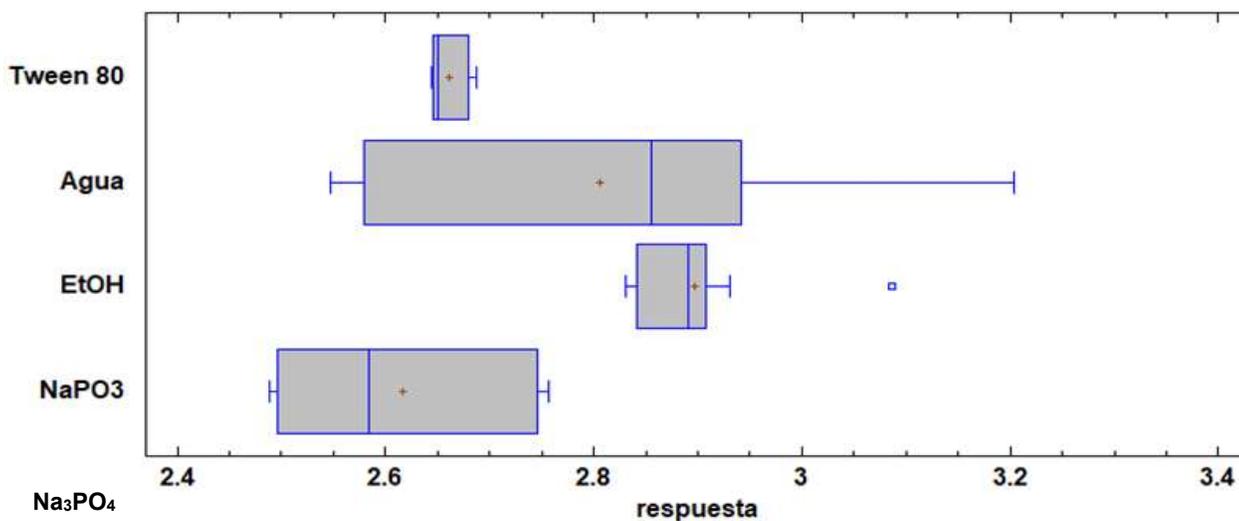




Grafico 9.Caja y Bigote,variación en el medio de dispersión para D(0.5).

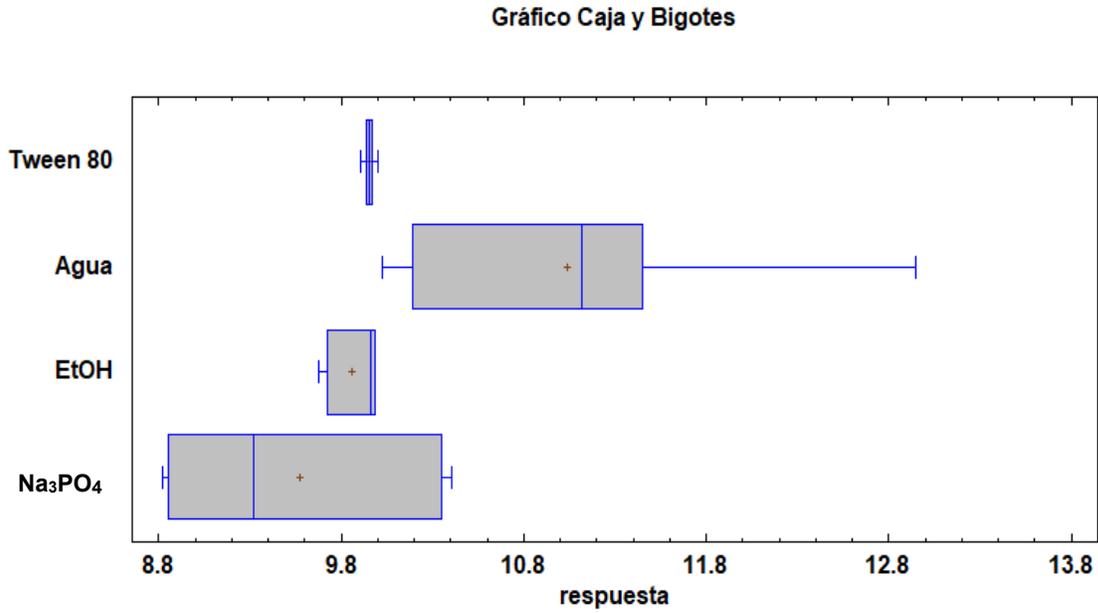
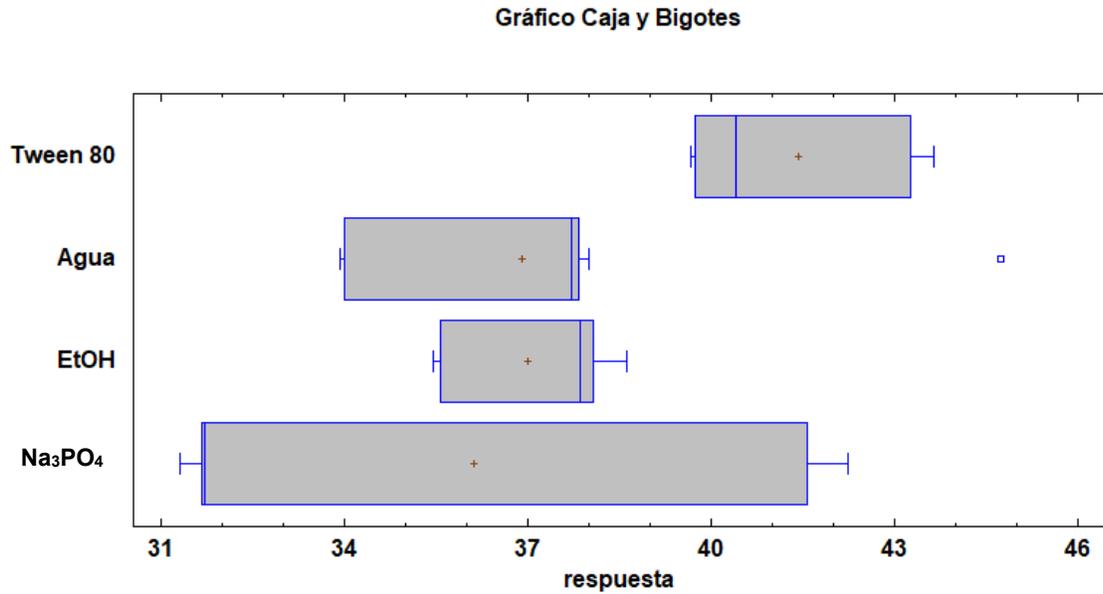


Grafico 10.Caja y Bigote, variación en el medio de dispersión para D(0.9).





c) *Variación en la adición de la muestra.*

Se realizaron 2 variaciones en la técnica de adición, la primera variación esta representada por la adición directa al módulo que contiene el medio de dispersión, mientras que la segunda técnica se refiere a la adición de muestra con una previa dispersión.

Condiciones del análisis.

<b>Método 1:</b>	<i>Dispersión Húmeda</i>
<b>Rango de medición:</b>	<i>0,02 a 2000 micras</i>
<b>Unidad del manejo de muestra:</b>	<i>Hydro 2000S</i>
<b>Modelo de análisis:</b>	<i>General purpose</i>
<b>Agente dispersante:</b>	<i>Agua destilada</i>
<b>Índice de refracción del dispersante:</b>	<i>1.330</i>
<b>Índice de refracción de la muestra:</b>	<i>1.520</i>
<b>Forma de la partícula:</b>	<i>Irregular</i>
<b>Velocidad de agitación:</b>	<i>2000 rpm</i>
<b>Tiempo de blanco:</b>	<i>10 seg</i>
<b>Tiempo de medición</b>	<i>10 seg</i>
<b>Intervalo de obscuración:</b>	<i>10 – 2.0 %</i>
<b>Residual:</b>	<i>≤ 10%</i>

**Gráfico 11.Caja y Bigote, variación en el metodo de dispersión D(0.1).**

Gráfico Caja y Bigotes

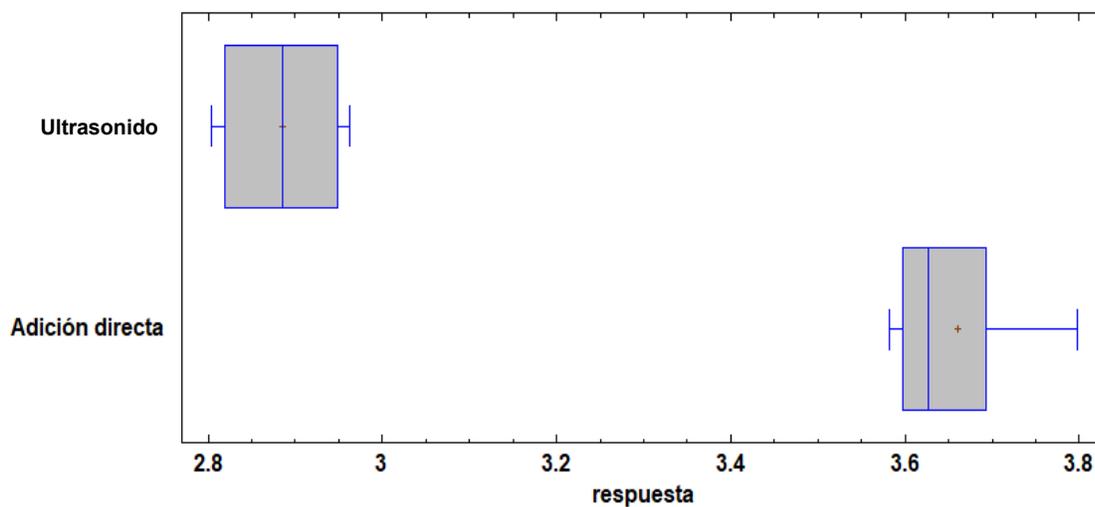




Grafico 12.Caja y Bigote, variación en el método de dispersión D(0.5).

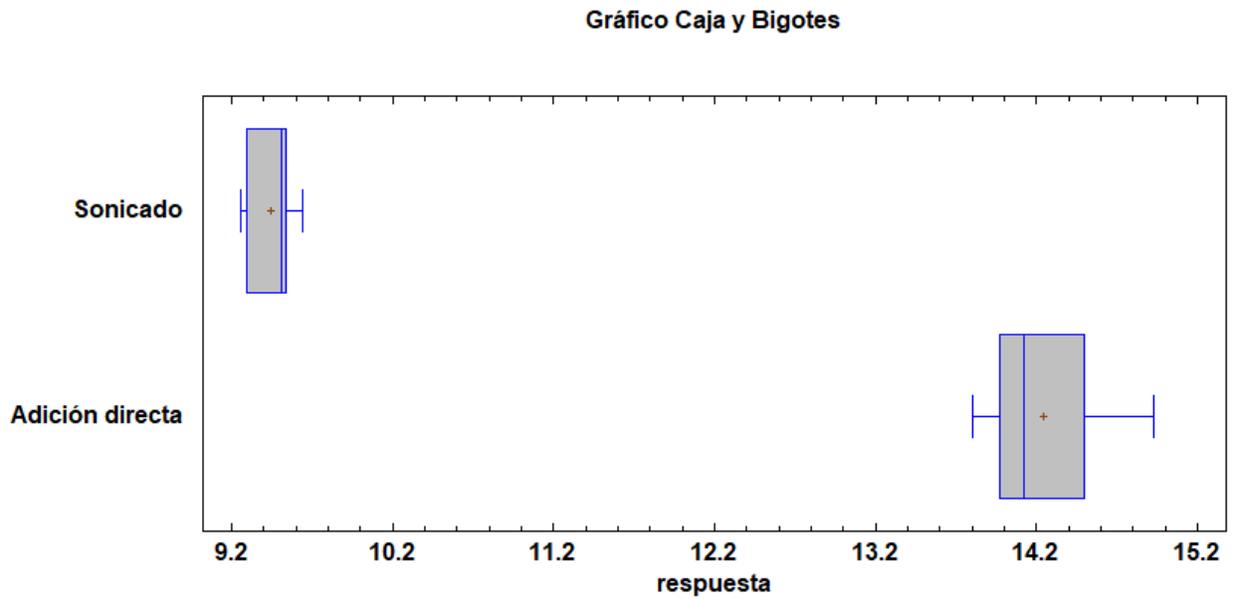
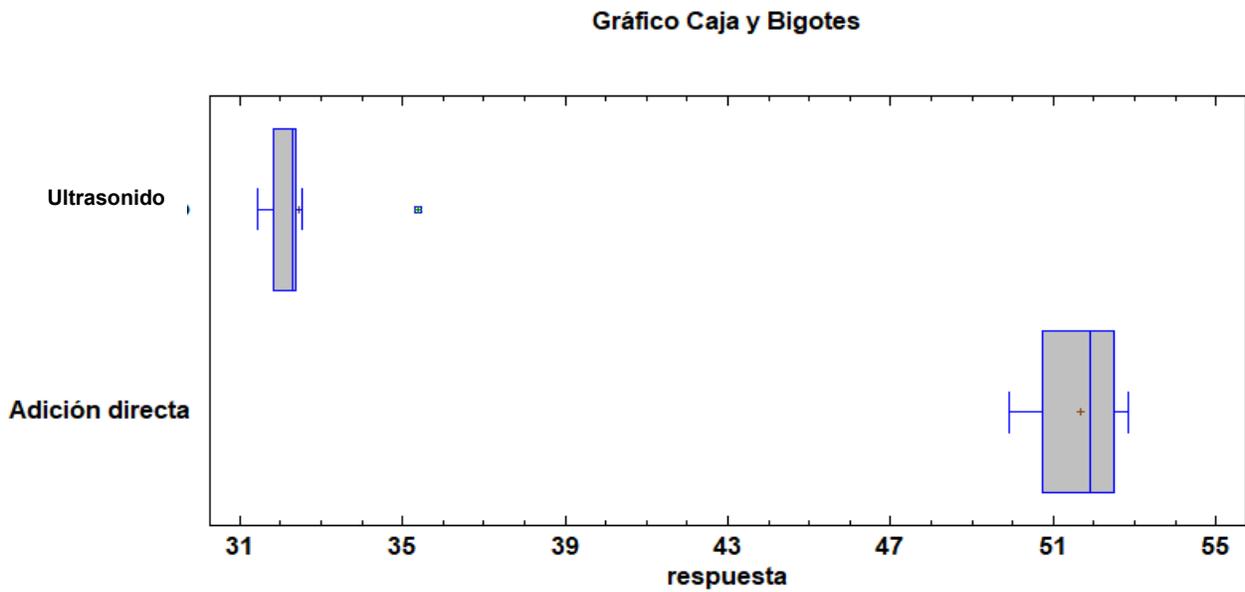


Grafico 13.Caja y Bigote, variación en el metodo de dispersión D(0.9).





### Vía seca

En esta vía se realiza 1 variación, se describe a continuación.

#### a) Variación en la presión durante la lectura (Bar)

Método 2:	<i>Dispersión Seca</i>
Rango de medición:	<i>0.02 a 2000 micras</i>
Unidad del manejo de muestra:	<i>Scirocco 2000</i>
Modelo de análisis:	<i>General purpose</i>
Agente dispersante:	<i>Aire</i>
Índice de refracción del dispersante:	<i>1.000</i>
Índice de refracción de la muestra:	<i>1.52</i>
Forma de la partícula:	<i>Irregular</i>
Velocidad de agitación:	<i>Presión 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 y 4.0 Bar.</i>
Tiempo de blanco:	<i>1 seg</i>
Tiempo de medición:	<i>1 seg</i>
Intervalo de obscuración:	<i>1-15%</i>
Residual:	<i>≤ 10%</i>

Gráfico 14. Caja y Bigotes, variación en la presión para D(0.1).

Gráfico Caja y Bigotes

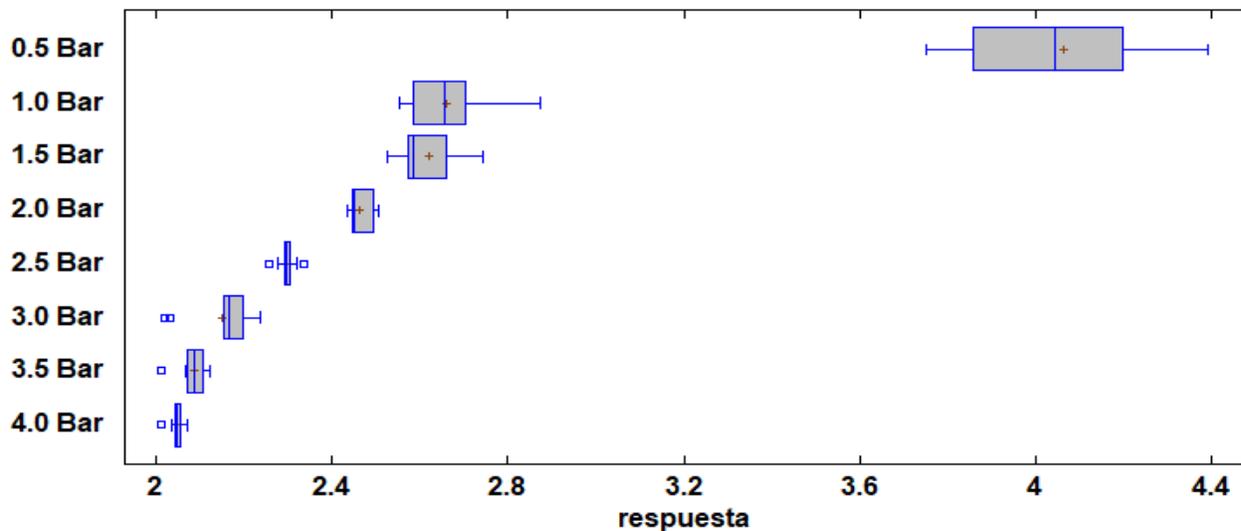




Gráfico 15.Caja y Bigotes, variación en la presión para D(0.5).

Gráfico Caja y Bigotes

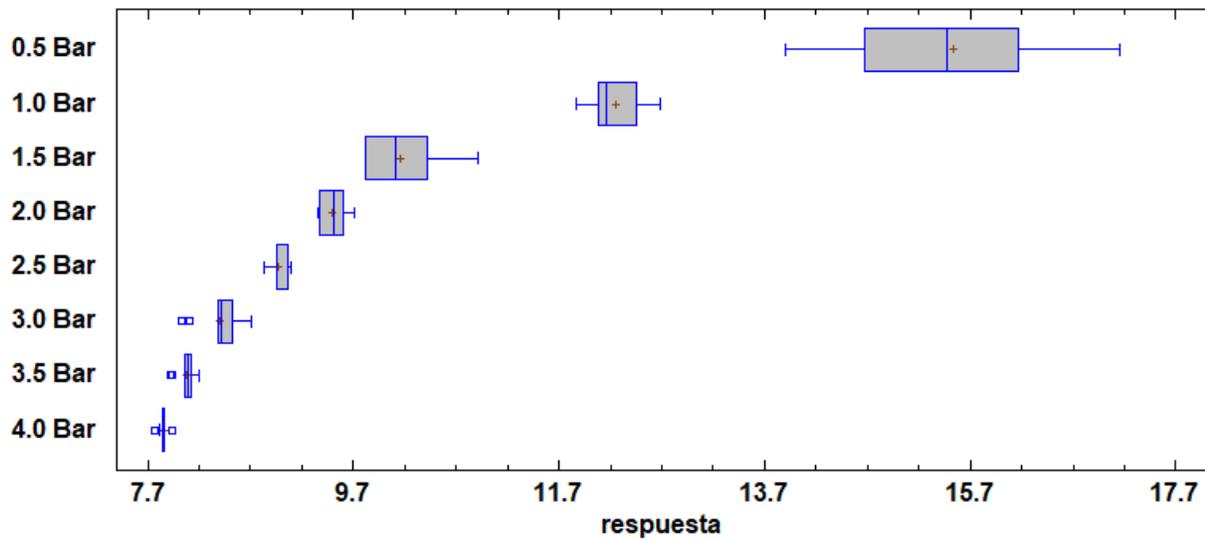
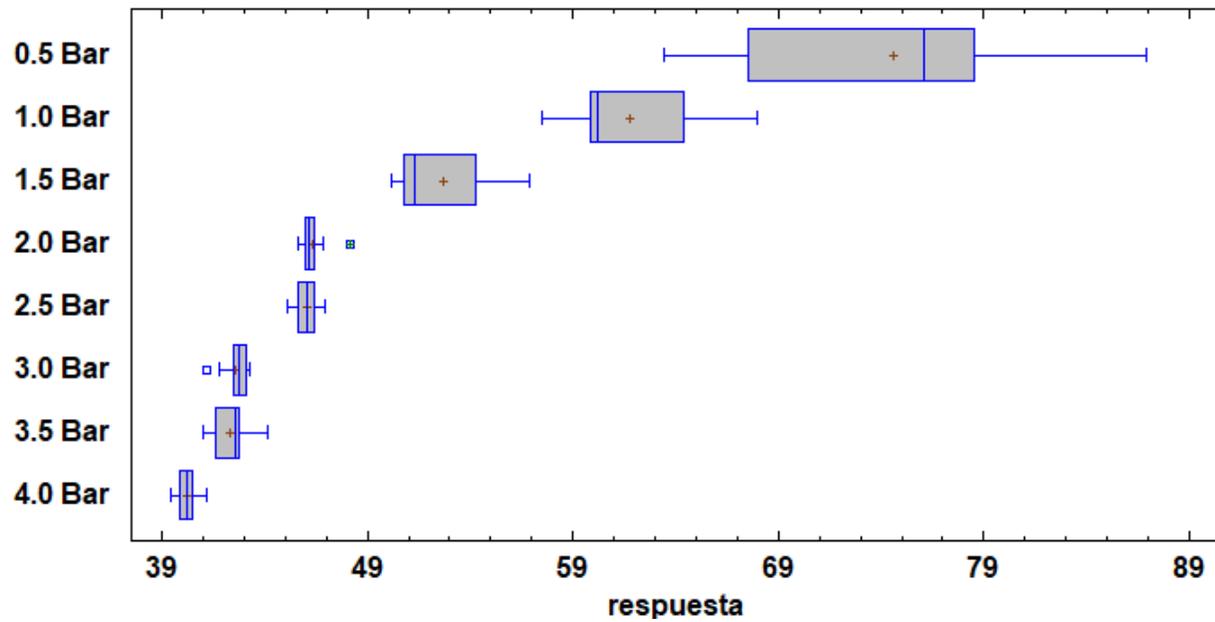


Gráfico 16.Caja y Bigotes variación en la presión para D (0.9).

Gráfico Caja y Bigotes





### **4.3 Resultados de la Validación**

El Material de Referencia Certificado (MRC) es de gran utilidad cuando lo que buscamos es tener un patrón de medición que demuestre la validez de nuestros resultados emitidos, al realizar la lectura de los MRC para vía húmeda y seca se corrobora el comportamiento dentro de los límites establecidos para el método, dichos datos se pueden describir en la tabla 11 para el caso de vía seca y la gráfica 13 para vía húmeda.

Respecto al material Interno, tras la medición consecutiva de este, se obtuvieron los gráficos de control 3 y 4, para vía seca y para vía húmeda respectivamente; los gráficos representan de manera independiente el comportamiento para cada vía del proceso, a partir de ellos se observa que se mantiene estable en ambos casos, ya que ninguno de los dos muestra tendencias de comportamiento.

Además de la obtención de gráficos control, el material Interno nos permitió determinar la precisión del método con los parámetros de reproducibilidad y repetibilidad los cuales de acuerdo los valores establecidos por el certificado del material caen dentro de los valores permitidos.

Al realizar las determinaciones descritas anteriormente para vía húmeda y vía seca es posible obtener datos suficientes para aplicar el análisis de varianza ANOVA, postulando dos hipótesis  $H_0$  (Hipótesis Nula) y  $H_1$  (Hipótesis Alternativa), las cuales están basadas en la existencia o no de diferencias estadísticamente significativas entre los resultados obtenidos al realizar las variaciones en los parámetros; de tal manera se tiene:

$H_0$  = Hipótesis Nula = No existe diferencia estadísticamente significativa.

$H_1$  = Hipótesis Alternativa = Existe diferencia estadísticamente significativa.

En aquellos casos en los que reconoce la existencia de diferencias estadísticamente significativas se hace uso del método de la diferencia mínima significativa o método LSD (Least Significant Diferencie) de Fisher que permite identificar de manera específica cuáles son los tratamientos estadísticamente diferentes a través de la comparación de las medias.



A partir de los análisis anteriormente descritos también es posible la obtención de gráficas que muestran la influencia en el comportamiento de los resultados al realizar variaciones de las condiciones analíticas.

De acuerdo a los análisis realizados para vía húmeda se seleccionan 3 variaciones en el método, las cuales puntualizan ampliamente durante el desarrollo del procedimiento de validación en términos generales se describen como; variación en la velocidad de agitación, cambio del medio de dispersión y modificaciones en la adición de la muestra.

Para el caso de las determinaciones donde se efectúa la variación en las rpm, se rechaza  $H_0$  para los tres casos D (0.1), D (0.5), D (0.9), ya que tras el análisis de varianza se observó que si existe diferencia estadísticamente significativa.

En consecuencia de lo descrito con anterioridad se acepta  $H_1$  y se identifican los condiciones de análisis específicas donde existen las diferencias estadísticamente significativas obteniendo que para aquellas variaciones de D (0.1) y D(0.5), no hay diferencia estadísticamente significativa entre los valores de 2500 rpm y 3000 rpm.

Además basados en el gráfico 5, se confirma lo descrito por LSD, ya que en las representaciones gráficas de los datos para 2500 rpm y 3000 rpm se evidencia una variación casi igual a cero, los cuartiles superior e inferior se encuentran muy próximos entre si representando datos con una distribución homogénea, además la extensión de los bigotes es corta en comparación a las gráficas de 2000 rpm y 1500 rpm.

En cuanto al gráfico 6 la representación de los resultados obtenidos a 2000 rpm muestra una dispersión poco homogénea con una simetría positiva, caso contrario a los resultados de 2500 rpm y 1500 rpm, donde es evidente la simetría negativa, y finalmente para esta gráfica la distribución de los datos para 3000 rpm exponen una pequeña simetría negativa sin embargo los cuartiles superior e inferior se encuentran próximos entre sí también existe una distancia muy estrecha entre los cuartiles y los bigotes esto significa que los resultados son homogéneos comparados con aquellos que se obtuvieron a velocidades distintas de 3000 rpm.



De acuerdo al análisis de LSD para D (0.9), se encontraron dos grupos que no muestran diferencias significativas; el grupo 1 incluye 2500 rpm, 2000 rpm, y 3000 rpm, el grupo 2 incluye 2000 rpm, 3000 rpm, y 1500 rpm.

Al realizar el análisis del gráfico 7, se aprecia que para aquellos resultados de 1500 rpm tienen una dispersión poco homogénea que se evidencia mediante la simetría negativa del gráfico de caja y que a su vez afecta la distancia entre los cuartiles.

En cuanto a los resultados para 2000 rpm existe una simetría positiva, y una extensión irregular de los bigotes de la misma. Para aquellos datos de 3000 rpm, se atribuye una dispersión no homogénea por su simetría negativa, siendo la gráfica de 2500 rpm la única que posee los cuartiles superior o inferior próximo así como datos homogéneos.

El medio de dispersión de la muestra es otra de las condiciones analíticas que se considera esencial durante la preparación de las muestras y para conocer cuánto influye se seleccionan 4 diferentes medios.

El gráfico 8 contiene la recopilación de 4 representaciones de cajas y bigotes para D (0.1), donde se aprecia la distribución de los datos; de acuerdo al medio que fue utilizado y se observa lo siguiente, cuando se utiliza agua como medio de dispersión el resultado muestra una escasa homogeneidad con un simetría negativa y una extensión asimétrica de los bigotes.

Situación similar a la que muestra la gráfica realizada para la solución de Fosfato de Sodio donde destaca la simetría positiva, sin embargo cuando se decide usar como medio de dispersión etanol a la mezcla de agua-tween 80 el área de las gráficas disminuye significativamente y la proximidad de los bigotes es evidentemente mayor, que en el uso de agua o Fosfato de Sodio.

Sin embargo, no se mantiene una tendencia pues al analizar los datos obtenidos para D (0.5), la comparación de las medias indica que todos los medios poseen una diferencia



estadísticamente significativa, además cuando se analiza detalladamente en el gráfico 9 destaca por que las representaciones de cajas y bigotes para agua y  $\text{Na}_4\text{PO}_3$  no tienen una dispersión homogénea pues la distancia entre sus cuartiles así como sus bigotes es asimétrica; de manera contrastante al seleccionar al etanol como medio dispersante existe una disminución en la distancia de los cuartiles que lo integran, en cuanto a la mezcla de agua-tween 80 es evidente la reducción del área de la gráfica exponiendo la homogeneidad de los datos.

De acuerdo al análisis para los datos de D (0.9) el gráfico 10 no se comporta de manera similar a las 2 anteriores, de acuerdo al conjunto de gráficas de cajas y bigotes así como para el método LSD, existe homogeneidad entre los resultados obtenidos para  $\text{Na}_4\text{PO}_3$ , agua y etanol, siendo la mezcla de agua-tween 80 el único medio que muestra diferencias significativas, sin embargo su amplitud aumenta y se observa una gráfica de simetría positiva.

Para D (0.1), D (0.5) y D (0.9) el análisis ANOVA rechaza  $H_0$ , y en consecuencia se acepta  $H_1$ , confirmando que todos los medios de dispersión mostraron diferencia estadísticamente significativa cuando el medio de dispersión es modificado.

Como última condición a analizar en vía húmeda se realiza la modificación en la técnica de adición de la muestra al equipo, proponiendo la adición de manera directa al módulo y como prueba comparativa la adición de muestra previamente dispersa en agua sometida a ultrasonido.

De acuerdo al análisis ANOVA se rechazan  $H_0$  para D (0.1), D (0.5) y D (0.9) debido a que el análisis muestra que si existe diferencia estadísticamente significativa cuyos resultados son concordantes con los gráficos 11, 12, 13, pues los valores de los resultados no son cercanos entre una forma de adición y otra, aunque es destacable que en cada una de las adiciones los datos son homogéneos.



En este análisis debido a que solo se comparan dos grupos, no se realiza la prueba de LSD.

Finalmente en las determinaciones de tamaño de partículas para la vía seca se efectúan variaciones en la presión con la que se realizan las determinaciones.

El análisis de ANOVA demostró que existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos en las determinaciones, por ello se acepta  $H_1$  y se efectúa el método LSD que confirma que no existen resultados similares cuando se varia la presión, excepto cuando se comparan los valores para 2.0 y 2.5 de  $D(0.9)$ .

En los gráficos 14, 15 y 16 se observa un comportamiento homogéneo en cada uno de los grupos, de acuerdo a la amplitud y simetría de los cuartiles así como la extensión de los bigotes excepto para aquellos que fueron determinados a 0.5 Bar.

#### **4.4. Conclusión de la Validación**

El Material de Referencia Certificado permitió la evaluación del método de Determinación de Tamaño de Partículas, con lo cual se corrobora que el método está dentro de los límites permitidos.

El método se mantiene estable de acuerdo a los gráficos control obtenidos con el Material Interno, además se presume de un método repetible y reproducible basados en los valores de aceptación.

Se establece que en el caso de análisis en vía húmeda la variación de la velocidad de agitación si afecta de manera significativa los resultados obtenidos para los análisis y mediante el estudio de los datos se puede concluir que la velocidad apropiada para realizar las determinaciones es de 2500 rpm.



Cuando se realiza el cambio de medio de dispersión, los resultados son afectados significativamente, de acuerdo al estudio tanto el etanol como la mezcla de agua-tween 80 demostraron favorecer la dispersión de la muestra.

Aunque los datos para ambas vías de adición mostraron homogeneidad en ambos grupos analizados, las muestras sometidas a ultrasonido tienen una dispersión menor de los resultados de las determinaciones, además que durante el desarrollo de la técnica se favorece la dispersión de muestra, lo que significa que la probabilidad de que se formen aglomerados que den lecturas erróneas es menor, por lo tanto dispersar y someter a ultrasonido la muestra antes de su lectura es la condiciones más favorable para realizar las determinaciones de tamaño de partículas en vía húmeda.

Todos los gráficos realizados para la validación, muestran tendencias, sin embargo en los intervalos de 2.0 Bar y 2.5 Bar se observa una mayor similitud entre los valores, adicionalmente cabe mencionar que durante el desarrollo experimental colocar condiciones v por debajo de 2.0 a 2.5 Bar favorecen la formación de aglomerados, dichos factores permiten concluir que 2.0 y 2.5 Bar son valores son apropiados para la determinaciones.



## CAPÍTULO 5. DISCUSIÓN

Esta tesis presenta un breve estudio sobre la implementación de la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas y la introducción al Sistema de Calidad de la USAII, describe el manual de calidad (Anexo A) así como el desarrollo de documentos para la validación de la técnica y la calificación del equipo, a través de los cuales se da cumplimiento a los requisitos y lineamientos establecidos de acuerdo a las normas NMX-EC-17025-2018 “*Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*” y NMX-CC-9001-2015 “*Sistemas de gestión de calidad - Requisitos*”.

El manual de calidad pretende dar cumplimiento a los requisitos relativos a la estructura, a los recursos, al proceso y al sistema de gestión de la calidad; se desarrollan los capítulos pertinentes y se da paso a resarcir las posibles debilidades de esta técnica dando cumplimiento a los requisitos de ISO 9001.

Con respecto a los requisitos estructurales (4, 5 y 6) cabe destacar que no se exenta a ninguna persona que sea parte del laboratorio a adquirir conocimientos y la toma de conciencia (5.7) referente a la importancia del Sistema de Gestión de Calidad, de tal manera que deben demostrar que son capaces de adaptarse a los requisitos establecidos en este manual.

Es fundamental que el personal demuestre que cumple con el perfil solicitado (6.2) y que además tiene conocimiento de este, pues de esta manera no podrá eximirse de sus responsabilidades.

En cuanto al cumplimiento de los requisitos relativos al proceso (8) se mantiene el firme compromiso que se establece con los usuarios, donde además de la selección correcta del análisis y sus condiciones, este laboratorio muestra evidencia documental que respalda la confiabilidad de los resultados entregados en los reportes analíticos.



Con la finalidad de establecer control y fiabilidad de los resultados emitidos se hace uso de la documentación de calificación y validación del método.

Durante este proceso surge la necesidad del uso de un material de referencia certificado (MRC) que debido que el Centro Nacional de Metrología no cuenta con un MRC apropiado se selecciona aquel que posee trazabilidad al NIST.

De manera complementaria se opta por la selección de un segundo material eligiendo al Talco comercial, que posee características similares a las que tienen las muestras que son analizadas por DTP, además de ser estable ante la manipulación y el análisis así como ser de fácil adquisición.

A través de este segundo material se realizan varias determinaciones, que nos brindan resultados suficientes para sustentar el procedimiento de validación del método con lo cual se demuestra que este método es apto para su uso.

La elaboración de gráficos de control permite monitorear el instrumento de una manera más frecuente e identificar si existen tendencias en los resultados obtenidos.

Referente a los requisitos del sistema de gestión de la calidad se adapta a la opción B que establece la NMX-CC-9001:2015 por medio del cual se desarrolla el análisis de riesgos adaptado a esta técnica con el cual se prevé que la técnica consiga los resultados previstos.

Se procura además la mejora en el servicio ofrecido al usuario y la capacidad de ser auditada de manera interna.



## CAPÍTULO 6. CONCLUSIONES

Se modificó y adecuo el Sistema de Gestión de Calidad, logrando la inclusión de la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas en conjunto se analizaron los requisitos establecidos por las normas mexicanas NMX-EC-17025-2018 y NMX-CC-9001-2015.

Se desarrolló una propuesta de manual de calidad (Anexo A) acorde al Sistema de Gestión de Calidad de la USAII específico para Determinación de Tamaño de Partículas, que permite dar cumplimiento a la política de calidad y los requisitos establecidos por las NMX-EC-17025-2018 y NMX-CC-9001-2015.

La validación de la técnica y calificación del equipo, permite demostrar la confiabilidad de los resultados obtenidos al realizar la Determinación de Tamaño de Partículas.

De acuerdo a los gráficos control desarrollados para el proceso de medición la técnica es estable bajo las mismas condiciones de lectura.

A partir de la inclusión de la técnica en el Sistema de Gestión de Calidad se cumplió con la hipótesis propuesta en esta tesis, pues al cubrir los requisitos establecidos por la normatividad aplicable la ema a.c. el 29 de Octubre de 2018 realiza una visita con la cual se obtuvo la acreditación y de manera posterior el tras la visita del IMNC el 20 de Noviembre de 2018 se obtuvo certificación.



## Referencias

- 1.0 Apcer 2016, “*Guía del usuario ISO 9001: 2015*”, obtenida el 15 de noviembre de 2018 de [:https://www.apcergroup.com/es/guias-y-publicaciones](https://www.apcergroup.com/es/guias-y-publicaciones)
- 2.0 Aguirre M.A. “Calificación de Equipos” obtenido el 13 de Enero de 2019 de: <http://ema.org/.descargas>.
- 3.0 Camisón C., Cruz S., 2006 “Gestión de la Calidad ,Conceptos, Enfoques, Modelos y Sistemas”, Madrid España, Editorial Pearson.
- 4.0 Criterios de Aplicación de la Norma ISO/IEC 17025 (vigente). Requisitos Generales para la Competencia Técnica de los laboratorios de Ensayo y de Calibración.
- 5.0 Diplomado a distancia “¿qué es calidad?”, obtenido el 24 de Enero de 2019 de: <http://www.facmed.unam.mx>.
- 6.0 Entidad mexicana de acreditación, a.c. (2006), “Manual de Procedimientos-Criterios de aplicación de la Norma ISO/IEC 17025”. MP-FE005.
- 7.0 Entidad mexicana de acreditación, a.c. “Manual de Procedimientos-Elaboración y Emisión de Informes de Evaluación”
- 8.0 Gutarra M.A, 2016 “Implementación de los Círculos de Calidad en el Instituto Superior Tecnológico - ITEC ”, Tesis NMSM, obtenido el 12 de Mayo de 2019 de: [http://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtual/Tesis/Ingenie/Gutarra\\_M\\_V/indice.htm](http://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtual/Tesis/Ingenie/Gutarra_M_V/indice.htm)
- 9.0 ILCE “Historia de ISO 9000”, Calidad Total, obtenido el 30 de Febrero de 2019 de: <http://calidadtotal.ilce.edu.mx>
- 10.0 ISO 9001:2015 Quality management systems-Fundamentals and vocabulary.
- 11.0 Ley Federal de Sobre Metrología y Normalización, última revisión en el diario oficial de la federación 15 de junio de 2018.
- 12.0 Lazos M.R., Hernández G.I. (2004), “La validación de métodos con un enfoque práctico”, Centro Nacional de Metrología, Querétaro, México.
- 13.0 NMX-CC-9000-IMNC-2015, Sistemas de gestión de la calidad-fundamentos y vocabulario, D.F., abril 2015
- 14.0 Norma Mexicana, NMX-CC-9000-IMNC-2015 “Sistemas de gestión de la calidad-Fundamentos y vocabulario”.
- 15.0 NMX-CC-9000-IMNC-2015, Sistemas de gestión de la calidad-fundamentos y vocabulario, D.F., abril 2015
- 16.0 NMX-Z-055-IMNC-2009 Vocabulario Internacional de Metrología (VIM) Conceptos



Fundamentales y términos generales.

- 17.0 NMX-CC-17025-IMNC-2005, *requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*, México D.F., junio 2006.
- 18.0 NMX-CC-17025-IMNC-2018, *requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*, México D.F., agosto 2018.
- 19.0 NMX-EC-17000-IMNC-2007, *Evaluación de la conformidad -vocabulario y principio generales*.
- 20.0 Maestros y sus aportes “Filósofos de la Calidad” <http://maestrosdelacalidadmc105611>.
- 21.0 Pratt.D.J.(1995) “British Estándar (BS)5750-quality asserance? , volumen 19, obtenido el 17 de Marzo de 2019 de:[http://www.oandplibrary.org/poi/1995\\_01\\_031.asp](http://www.oandplibrary.org/poi/1995_01_031.asp)
- 22.0 Schmid W. A., Lazos M. R.,(2000),”Guía para la estimación de la Incertidumbre de la Medición”,Centro Nacional de Metrología, Querétaro,México.
- 23.0 Servicio Geológico Mexicano, “Técnicas químicas analíticas”, obtenido el 16 de Abril de 2019 de: <http://www.sgm.gob.mx>.
- 24.0 Salazar C.J., “Características de la Acreditación en Latinoamérica” obtenido el 23 de Abril de 2019 de: <http://www.laccei.org>
- 25.0 Vocabulario Internacional de Metrología “Conceptos Fundamentales y generales, y términos asociados VIM”, España.



## ANEXO A

### Manual de Calidad.

#### INTRODUCCIÓN.

La Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación y a la Industria (USAI), es una unidad que ofrece servicios de tipo analítico de alto nivel; se constituye como proyecto en 1994 para fundarse oficialmente en 1995, como parte de la División de Estudios de Posgrado de la Facultad de Química, de la Universidad Nacional Autónoma de México. En la actualidad ofrece aproximadamente 18 técnicas analíticas de alta especialidad, dentro de las cuales se encuentra Determinación de Tamaño de Partículas.

La USAI se caracteriza por brindar servicios analíticos con reconocimiento nacional e internacional, por ello se ha comprometido a implementar y mantener un sistema de gestión de calidad conforme a los requisitos que se establece en la norma mexicana ISO 9001:2015 (NMX-CC-9001-IMNC-2015) e ISO/IEC 17025:2017(NMX-EC-17025-IMNC-2018).

La técnica de Determinación de Tamaño de Partículas se incorpora al Sistema de Gestión de la Calidad a favor de la necesidad de mejora, y se presenta este documento como evidencia del cumplimiento a los requisitos.

#### **Campo de Aplicación y Alcance.**

**Campo de aplicación:** El presente manual de calidad es aplicable a la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas.

**Alcance:**(Requisito 4.3 Determinación del alcance del Sistema de Gestión de Calidad de la NMX-CC-9001-IMNC-2015).

Alcance para la certificación bajo la ISO 9001:2015 (NMX-CC-9001-INMC-2015) Servicio analítico Determinación de Tamaño de Partículas para usuarios internos y externos.



Para acreditación por la norma ISO/IEC 17025:2017 (NMX-CC-17025-INMC-2018) para la técnica analítica de Determinación de Tamaño de Partículas, misma que posee flexibilidad con respecto a la medición de la muestra deseada para la misma:

- Procedimiento técnico Determinación de Tamaño de Partículas.

### **1.0 Objetivo**

Describir el Sistema de Gestión de Calidad para la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas.

### **2.0 Documentos de Referencia.**

*“Procedimiento Técnico de Determinación de Tamaño de Partículas.”* USAII, Facultad de Química, en elaboración.

*“Manual del sistema de Gestión de la calidad de la unidad de servicios de apoyo a la investigación y la industria (USAII)”*, USAII, Facultad de Química, Rev.23. Mayo 2018

*Nota:” Se hace referencia a los documentos que se desprenden de este mismo así como citas de lo que en él se ha establecido mediante comillas y cursivas, este enunciado se usa como ejemplo”*

NMX-CC-9001-IMNC-2015, Sistemas de gestión de la calidad-Requisitos, México, D.F., abril 2015

NMX-CC-17025-IMNC-2018, *requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*, México D.F., agosto 2018.

Manual de procedimientos, *“Criterios de aplicación de la norma ISO/IEC 1705 (vigente) Guía”* Entidad Mexicana de Acreditación, A.C.

### **3.0 Definiciones**

Para el adecuado uso de este manual se aplican los términos y definiciones relevantes establecidas en:



ISO 9000:2015 Quality management systems-Fundamentals and vocabulary.

NMX-CC-9000-IMNC-2015, Sistemas de gestión de la calidad-fundamentos y vocabulario, D.F., abril 2015.

NMX-CC-17025-IMNC-2018, *requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*, México D.F., agosto 2018.

NMX-EC-17000-IMNC-2007, Evaluación de la conformidad *.vocabulario y principios generales*.

NMX-Z-055-IMNC-2009. Vocabulario Internacional de Metrología-Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados.

#### **4.0 REQUISITOS GENERALES**

*(Requisito 4.1 Comprensión de la organización y de su contexto de la NMX-CC-9001-IMNC-2015).*

*(Requisito 4.2 Comprensión de las necesidades y expectativas de las partes interesadas de la NMX-CC-9001-IMNC-2015).*

El laboratorio de Análisis Elemental (AE) donde se desarrolla la técnica de Determinación de Tamaño de Partículas (DTP) forma parte del Sistema de Gestión de la Calidad establecido por la USAII en el cual se determinan las cuestiones externas e internas, que son pertinentes para el propósito y dirección del laboratorio; contribuyendo al “*Análisis DAFO*” lo cual permite conocer las Debilidades, Amenazas, Fortalezas y Oportunidades, que la Unidad tiene y debe conservar o mejorar.

Este laboratorio aplica y desarrolla el “*Análisis DAFO \**” exclusivo de la técnica para describir así las características particulares del análisis, que permitirán determinar las cuestiones externas e internas que son pertinentes.



Referente al contexto interno se determinan valores, conocimientos y desempeño laboral del signatario, que se caracteriza por:

- Trabajo en equipo.
- Comunicación eficaz.
- Cuidado del medio ambiente.
- Ser honesto, ético y transparente.
- Poseer aptitud/actitud/experiencia.

Con respecto al contexto externo; el personal a cargo de la técnica de DTP realiza lo establecido en los lineamientos de la Legislación de la Universidad Nacional Autónoma de México.

El signatario autorizado de la técnica corresponde a la persona responsable del laboratorio de Análisis Elemental.

#### **4.1 Imparcialidad.**

4.1.1 Los riesgos relativos a la imparcialidad que pudieran surgir se contemplan a través del contrato de exclusividad que impide al signatario laborar en otra institución, de esta manera no podrá generar conflictos de interés.

4.1.2 La USAII establece que la imparcialidad es: “*Actuar de manera objetiva y sin perjuicio o preferencias.*”, declaración a la cual como parte del personal de USAII el signatario debe apegarse.

Se establece además la siguiente política de calidad:

“Es política de la USAII, que el personal que está relacionado con los servicios analíticos realice sus actividades de manera objetiva sin alterar el resultado por motivos de algún interés del usuario, con alguna preferencia o prioridad”.

4.1.3 Con la finalidad de asegurarse de que el personal del laboratorio, se encuentra libre de presiones o cualquier influencia indebida interna o externa, ya sea de tipo comercial,



financiera o de otro tipo, que pudiera llevarlo a cometer cualquier falta o modificación que afecten la imparcialidad del trabajo en la técnica de DTP; se establecen las siguientes disposiciones:

- ❖ *“El personal de la USAII es contratado por la UNAM en las Categorías de Personal Académico y Personal Administrativo; las labores financieras relacionadas con los servicios son realizadas por el Departamento Administrativo y por tanto el personal de la unidad está libre de presiones financieras y comerciales, que pudieran afectar su integridad y su juicio analítico”.*
- ❖ *“El personal al ingresar a la USAII firma una carta de confidencialidad”.*

4.1.4 Se presenta en el anexo 1 el esquema que permite conocer cualquier relación que pudiera afectar a la imparcialidad en grado relevante al servicio.

4.1.5 Se identifican los posibles riesgos de imparcialidad que se pueden presentar durante su desarrollo de la técnica a través de la herramienta AMEF; descrito en el documento *“Análisis de Riesgos”*.

## **4.2 Confidencialidad.**

4.2.1 Este laboratorio como parte de la USAII obedece a la política de establecida, asegurando que la información generada durante las actividades analíticas, así como la información que los usuarios proporcionan; se mantiene en resguardo. Como evidencia de ello el personal que labora en la técnica; signatarios, alumnos de servicio social así como alumnos de estancia estudiantil se encuentra en la obligación de firmar la carta de confidencialidad *“Convenio de Confidencialidad”* así como el código de ética de la “ema”.

Para usuarios internos la información respecto a la política de Privacidad es proporcionada en el inicio del proceso de solicitud de servicios en el portal SIM.

En cuanto a los usuarios externos el signatario está obligado a dar a conocer dicha política durante en proceso de cotización del servicio.



4.2.2 Los usuarios externos de esta Técnica tienen la posibilidad de solicitar y firmar “*Convenios de Confidencialidad*”, cabe aclarar que de ser requeridos por ley, estos convenios serán expuestos, previa notificación al cliente.

4.2.3 La información perteneciente al usuario ya sea propia o la generada durante el análisis, se maneja en calidad de confidencial por ello; no está permitido compartirlo con otros usuarios.

4.2.4 Cómo se encuentra descrito en la sección 4.2.1 los miembros del laboratorio que participen en el desarrollo de las actividades, están obligados a firmar el “*Convenio de Confidencialidad*”.

### **5 requisitos relativos a la Estructura.**

*(Requisito 4.1 Contexto de la organización y 4.2 Comprensión de la necesidades y expectativas de las partes interesadas de la NMX-CC-9001-IMNC -2015).*

5.1 La USAII celebra en conjunto con sus usuarios el documento de acuerdos de confidencialidad, que le confiere a esta responsabilidad legal propia.

La unidad formando parte de la División de Estudios de Posgrado de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) se Rige por la Legislación universitaria:

- LEY ORGÁNICA DE LA UNAM- Establece la funciones y estructura de la Universidad Nacional Autónoma de México.
- ESTATUTO GENERAL DE LA UNAM -Comprende a las Facultades y Escuelas de Educación Media Superior y de Posgrado; a los Institutos y Centros de Investigación Científica y Tecnológica pertenecientes al Subsistema de la Investigación Científica y Adscritos a la Coordinación de la Investigación Científica. Desglosa las funciones y obligaciones de directivos, funcionarios y personal académico y administrativo.
- ESTATUTO DEL PERSONAL ACADÉMICO -Comprende los derechos y obligaciones del personal académico de la UNAM, en sus diversas categorías y niveles, detallando los mecanismos para la selección, adscripción, permanencia y promoción académica



Así como otros ordenamientos jurídicos dentro de los cuales se comprenden:

- Otras Leyes:
  - LEY FEDERAL DEL TRABAJO.
  - LEY FEDERAL SOBRE METROLOGÍA Y NORMALIZACIÓN.
- Contratos Colectivos de Trabajo.
  - Para el PERSONAL ACADÉMICO.
  - Para el PERSONAL ADMINISTRATIVO; sujeto a revisión cada dos años.
- REGLAMENTO INTERNO DE HIGIENE Y SEGURIDAD DE LA USAI, aprobado por el Consejo Técnico de la Facultad de Química a partir de Julio 2013.

De acuerdo con lo descrito en este numeral, este laboratorio da cumplimiento al requisito, al formar parte de USAI.

5.2 La técnica analítica está a cargo del Signatario Autorizado el cual cumple con lo establecido en el documento *“Descripción de perfil de Puestos y Responsabilidades”*, asegurando que es apto. Dicho documento le confiere la autoridad máxima del laboratorio, así como las responsabilidades que este genere.

5.3 En cumplimiento a lo requerido se remite al numeral 1.0 donde se declara el alcance del sistema de gestión de calidad para la técnica.

5.4 Este laboratorio cumple los requisitos establecidos en ISO 9001:2015 e ISO/IEC 17025:2017, lo cual se demuestra en los objetivos y política de calidad establecidos en el presente documento. La técnica es realizada en:

Circuito Mtro. Mario de la Cueva s/n. Ciudad Universitaria. Facultad de Química, planta baja del edificio “H” Mario Molina, CP 04510, México CDMX, laboratorio de Análisis Elemental.

5.5 En cumplimiento a los requisitos:



- a) El laboratorio presenta el organigrama establecido, donde se describe su ubicación dentro de USAII, las operaciones técnicas realizadas y responsabilidades que atribuye dicho puesto laboral. Revisar Anexo 2.
- b) Como se declaró en 5.2, se describe la responsabilidad y autoridad del signatario en el documento “*Descripción de perfil de Puestos y Responsabilidades*”.
- c) El laboratorio cuenta con el procedimiento técnico para determinación de tamaño de partículas.

5.6 El signatario y demás integrantes que formen parte del laboratorio se comprometen con las siguientes tareas:

Áreas de trabajo.

- a) Actualización constante de los sistemas de gestión de la calidad que apliquen y con base a ello realizar implementaciones y mejoras.
- b) Identificar y prevenir los riesgos, así como las desviaciones del Sistema de Gestión de calidad.
- c) Dar paso a acciones de tipo preventivo para evitar o disminuir desviaciones en el sistema de calidad.
- d) Mantenerse en contacto con la autoridad inmediata (Jefatura), para informar sobre el desempeño del laboratorio, así como de la técnica.
- e) Buscar y mantener la eficacia en el laboratorio.

5.7 El laboratorio se asegura de implementar acciones para:

(*Requisito 7.4 Comunicación la NMX-CC-9001-IMNC-2015*).

- a) Mantenerse en comunicación en lo que concierne al sistema de gestión de calidad de manera externa e interna:

De manera interna se realizarán reuniones entre el signatario con la Jefatura de USAII, establecidas al menos una vez al mes.



Externamente: Se mantendrá contacto con los usuarios del servicio, a través de correo electrónico, teléfono, etc.

*(Requisito 7.3 Toma de conciencia. La NMX-CC-9001-IMNC-2015).*

El personal que trabaja en este laboratorio es consciente de la importancia del sistema de gestión de calidad, así como de su implementación por ello realiza evaluaciones y ejercicios durante las reuniones internas.

*(6.3 Planificación de los cambios 8.5.6 Control de los cambios NMX-CC-9001-IMNC-2015)*

b) Es responsabilidad del encargado de laboratorio que cuando se realicen cambios al sistema de gestión de calidad de DTP se mantenga la integridad del mismo y para ello se realizará de acuerdo a lo establecido en el “*Formato de Planificación del Cambio*”; donde se darán a conocer los cambios a realizar, los recursos requeridos así como los recursos disponibles y el impacto.

Se debe de realizar un registro con la descripción de los cambios realizados y los motivos, como parte del historial del mismo.

## **REQUISITOS RELATIVOS A LOS RECURSOS.**

### **6.1 Generalidades.**

Este laboratorio cuenta con el personal, Instalaciones, Condiciones Ambientales; equipo y servicios de apoyo para la gestión y desarrollo correcto de la técnica.

### **6.2 Personal.**

*(Requisito 7.1.2 Personal .7.2 Competencia .7.3 Toma de conciencia la NMX-CC-9001-IMNC-2015)*

6.2.1 El signatario autorizado al laboratorio es evaluado por el Jefe de la USAII; el cual se asegura de que posee las capacidades para desempeñar su labor analítica, así como conocimientos del sistema de gestión de calidad; la aptitud y la actitud para llevarlo a cabo,



es por ello que debe de dar cumplimiento al documento *“Descripción de Perfil de Puesto y Responsabilidades”*.

El personal del laboratorio posee la competencia técnica, así como la autorización para evaluar los resultados y firmar los informes generados posteriores al servicio.

Como se mencionó en 4.1 Imparcialidad y 4.2 Confidencialidad, el personal se responsabiliza de sus actividades legales y de protección a los datos generados a través de la firma de un contrato de confidencialidad.

6.2.2 El signatario cumple con lo establecido en *“Descripción del Perfil de Puestos y Responsabilidades”*, demostrando que es competente para el cargo además de poseer currículum que describe las evidencias de sus habilidades técnicas y su experiencia.

6.2.3 El signatario del laboratorio posee un oficio de autorización, donde la Jefatura de la USAII, declara su competencia para las actividades desarrolladas en el laboratorio, así como sus responsabilidades y la autorización para evaluar la importancia de las desviaciones.

*(Requisito 5.3 Roles, Responsabilidades, autoridades en la organización, 7.2 Competencia de la NMX-CC-9001-IMNC-2015).*

6.2.4 Las responsabilidades y actividades que los signatarios se describen en el documento *“Descripción de perfil de puestos y Responsabilidades.”*

*(Requisito 7.2 Competencia 7.1.6 Conocimientos de la organización de la NMX-CC-9001-IMNC-2015)*

6.2.5 El laboratorio cuenta con el procedimiento “Procedimiento Administrativo para el Ingreso, Evaluación, y Capacitación del Personal” donde se describe y/o determinan:

- a) Requisitos de competencia.
- b) Criterios para la selección del personal.
- c) Formación del personal, donde se establecen requerimientos para el signatario de acuerdo al conocimiento de la técnica, a su vez recibe evaluaciones y



capacitaciones por la USAII, lo cual es determinado por la jefatura y las capacitaciones colectivas para cumplir con las necesidades de la misma Unidad.

- d) La supervisión de los resultados que el signatario emita; dicha actividad será realizada por la Jefatura de USAII, mientras que los documentos vigentes como su aplicación al sistema de gestión de calidad serán revisados por el responsable del Sistema de Calidad.

Además, laboratorio recibe inspecciones por paseo, donde son revisados a fondo los registros que permitan evidenciar la rastreabilidad de una muestra aleatoria.

- e) Ver 6.2.3  
f) Se evalúa la competencia del personal cada 5 años por un Comité de Evaluación.

6.2.6 El signatario del laboratorio, cuenta con la autorización de la jefatura de USAII, para:

- a) Desarrollar, modificar, verificar y validar el método de DTP.  
b) Analizar y verificar los resultados además de emitir Opiniones, si es que así lo solicita el usuario.  
c) Realizar informes, revisiones y autorizaciones de los resultados.

### **6.3 Instalaciones y condiciones ambientales.**

*(Requisito 7.1.3. Infraestructura y 7.1.4 Ambiente para la operación de los procesos de la NMX-CC-9001-IMNC -2015)*

6.3.1 La infraestructura asignada para el desempeño de la técnica se encuentra acondicionada de manera tal que el análisis se desarrolle correctamente sin afectar la validez de los resultados.

6.3.2 Las instalaciones del laboratorio son un espacio delimitado de las áreas de trabajo adyacentes, con área para realizar su análisis y de esta manera evitar contaminación cruzada.

Se realiza el control de las siguientes condiciones:



- Voltaje de 123 a 250 Volts.
- Línea de aire comprimido 5.5 a 8.0 Bar.
- Temperatura ambiente (10°C a 35°C).
- Humedad relativa de 10 % a 90 %.

6.3.3. Se realiza y documentan las condiciones ambientales necesarias para el funcionamiento óptimo del equipo de DTP, se anexa en la carpeta asignada a la técnica.

6.3.4 El laboratorio se asegura de que:

- a) El acceso y uso de las áreas es restringido por el personal de seguridad.
- b) El área designada para el análisis esté libre de contaminación.
- c) Asignación de espacios delimitados como medida de separación eficaz entre áreas.

6.3.5 El laboratorio no realiza servicios fuera de las instalaciones.

## 6.4 Equipamiento

6.4.1 El laboratorio cuenta, con los materiales que se utilizan durante el desarrollo de la técnica, así como con el equipo necesario para realizar el análisis de Determinación de Tamaño de Partículas, para ello se utiliza el equipo: Mastersizer 2000 de Malvern.

6.4.2 Ver 6.3.5

6.4.3 El laboratorio cuenta con el procedimiento “*Técnico Determinación de Tamaño de Partículas*”, y los manuales para el uso y el funcionamiento apropiado y describe el control de calidad del mismo.

6.4.4 El equipo y el software que se utilizan durante el análisis cumplen con los requisitos de instalación, lo cual se demuestra a través de la Calificación del Equipo.

6.4.5 El equipo utilizado durante el análisis posee las características de exactitud de la medición (Calificación de diseño) requeridas para que sea válido el resultado obtenido.



6.4.6 El instrumento se ajusta y se calibra una vez al año por el especialista de Malvern.

6.4.7 Se establece un programa de control de calidad donde se programan las fechas asignadas para la calibración del equipo.

6.4.8 El equipo Mastersizer 2000 posee una etiqueta en la parte superior izquierda, colocada por el especialista de Malvern donde se describe: el número de serie, el servicio realizado (calibración), la fecha en que se realizó, así como la próxima fecha en la que se realizará.

6.4.10 El personal realiza solo verificaciones intermedias entre calibraciones mediante el uso de material de referencia certificado, el registro de dicha actividad se realiza en la bitácora del instrumento.

6.4.11 El signatario hace uso de materiales referencia, que demuestran si los valores están dentro o fuera de los especificados, es responsabilidad del personal llamar al proveedor para encontrar las posibles fallas.

6.4.12 El equipo recibe mantenimientos para evitar desajustes, sin embargo; de llegar a suceder será el proveedor técnico especialista a quien se le solicite asesoría.

6.4.13 El laboratorio cuenta con “Mastersizer 2000 Essentials”, “*Lista de Equipos e Instrumento*”, documento “*Calificación de equipo TP*” así como Bitácora de uso del equipo FR-USAll-FQ-013-AE, donde se describe:

- a) Identificación del equipo y software.
- b) Proveedor, identificación del equipo y número de serie.
- c) Evidencia de la verificación del equipo.
- d) Ubicación actual.
- e) Registro de las fechas en que se calibro, resultados obtenidos, s criterios de aceptación y la próxima fecha de calibración.
- f) Material de referencia certificado para ambas vías de análisis.
- g) Un plan de mantenimiento y registro de ello.
- h) Descripción de anomalías presentadas durante el uso del equipo.



## 6.5 Trazabilidad metrológica.

6.5.1 El laboratorio hace uso de material de referencia certificado con reconocimiento internacional y trazabilidad al NIST.

6.5.2 Este laboratorio asegura que sus resultados son obtenidos en  $\mu\text{m}$  como unidad de longitud con trazabilidad al SI.

- a) El equipo de DTP, recibe calibración por parte del proveedor (Malvern) a través de ingenieros en mantenimiento. Dicha actividad se realiza con material de referencia certificado.
- b) No aplica.
- c) Comparación de unidades  $\mu\text{m}$  por medio del material de referencia certificado (internacional).

6.5.3 El laboratorio no realiza actividades en sitios o instalaciones que estén fuera de su control permanente.

## 6.6 Productos y servicios suministrados externamente.

6.6.1 El laboratorio realiza las actividades descritas en el *“Procedimiento Administrativo Compras de Servicios y Suministros”* donde se describen los procesos a seguir para realizar compras de servicios y suministros.

6.6.2 *“Procedimiento Administrativo Compras de Servicios Y Suministros”* es el procedimiento de apoyo al laboratorio para:

- a) Definir, revisar y aprobar los requisitos que establece el laboratorio para aquellos productos y servicios suministrados externamente.
- b) Asegurarse de que este laboratorio no realice actividades de evaluación o reevaluación a menos que sean actividades donde este implícita la compra de servicios de calibración y/o ensayos de aptitud.



- c) Corroborar que los insumos adquiridos cumplan con las características solicitadas por el signatario, de acuerdo a los requerimientos para el desarrollo de la técnica.
- d) Empezar acciones surgidas de las evaluaciones, del seguimiento y de las reevaluaciones de los proveedores externos.

6.6.3 Este laboratorio realiza las especificaciones de los productos o servicios, así como criterios de aceptación, mediante la emisión de la solicitud de compras.

*(Requisito 8.4.1 Control de procesos, productos y servicios suministrados externamente inciso b la NMX-CC-9001-IMNC-2015)*

Este laboratorio no subcontrata servicios.

## **7.0 REQUISITOS RELATIVOS A LOS PROCESOS.**

*(Requisito 5.1.2 Enfoque al cliente ,8.2.2 Determinación de los requisitos para los productos y servicios, 8.2.3 Revisión de los requisitos de los productos y servicios, 8.2.1 Comunicación del cliente la NMX-CC-9001-IMNC-2015)*

### **Revisión de solicitudes, ofertas y contratos.**

7.1 Durante la solicitud del servicio de Determinación de Tamaño de Partículas se lleva a cabo las actividades descritas en el “*Procedimiento de Servicios Analíticos para Usuarios Internos*” y “*Procedimiento de Servicios Analíticos para Usuarios Externos*” en donde se reconoce:

- a) Los requisitos y documentos necesarios para solicitudes y contratos, así como la oferta del laboratorio.
  - b) La capacidad y requisitos que cumple este laboratorio.
  - c) El laboratorio no realiza evaluaciones de acuerdo a normas, FEUM o USP.
  - d) Selección de métodos y/o procesos adecuados de acuerdo a lo requerido por el usuario
- (Requisito 8.2.3 Revisión de los requisitos para los productos y servicios la NMX-CC-9001-IMNC-2015)*

Este laboratorio solo acepta solicitudes de acuerdo a lo descrito en la tabla de capacidad instalada del Manual del Sistema de Gestión de la Calidad de USAII (Revisar Anexo 3); y



en el “*Procedimiento Técnico para Determinación de Tamaño de Partículas*” documentos es los cuales se describen:

- a) Las características con las que se pueden satisfacer las necesidades del cliente, incluyendo las actividades de entrega
- b) Los requisitos no establecidos por el cliente, pero necesarios para el análisis.
- c) Requisitos especificados por la organización.
- d) Requisitos legales, aplicables a productos y servicios.

*(Requisito 8.2.4 Cambios en los requisitos para los productos y servicios de la NMX-CC-9001-IMNC-2015).*

El laboratorio identifica, analiza y controla los posibles cambios que pudieran surgir durante el desarrollo de la técnica, se compromete a mantener informado al usuario de dichos cambios, mediante el SIM (usuario interno) o correo electrónico (usuario externo).

7.1.2 Cuando la técnica solicitada es considerada por el signatario no apropiada se le informa al usuario.

7.1.3 Es política de USAII y por lo tanto de este laboratorio no realizar evaluaciones de conformidad, por ello no es posible colocar declaraciones de conformidad en informes de servicio analítico.

*(Requisito 8.2.1. Comunicación del cliente, 9.1.2. Satisfacción del cliente la NMX-CC-9001-IMNC-2015).*

7.1.4 y 7.1.3 El signatario se encuentra en comunicación constante con los usuarios mediante correo electrónico o teléfono, realizando las aclaraciones pertinentes al cliente, sus necesidades y expectativas.

Los usuarios podrán obtener información relativa a:

- a) La oferta de servicios.
- b) Aclaraciones y solicitudes de contratos.
- c) Obtención de retroalimentación de los servicios brindados.



7.1.5 y 7.1.6 Si el usuario requiere modificaciones en el análisis solicitado, éste debe expresarlo de manera escrita; el signatario y la Jefatura de USAII evaluarán la solicitud para autorizar e iniciar las modificaciones pertinentes.

7.1.8 El laboratorio mantiene evidencias de los cambios realizados incluidos cambios significativos, así como registros de la comunicación durante el periodo de cambios.

## **7.2 Selección, verificación y validación de métodos.**

7.2.1.1 y 7.2.1.2 El laboratorio hace uso del “*Procedimiento Técnico para Determinación de Tamaño de Partículas*”, donde se describen y determinan los conocimientos necesarios para operar la técnica y obtener la conformidad del servicio. Este documento será actualizado cada 2 años de acuerdo establecida por el Sistema de calidad de USAII.

7.2.1.3 Si existe una muestra que requiere la modificación de método se llegará a un acuerdo con el cliente para dar solución.

7.2.1.4 En caso de que el usuario (interno o externo); no proporcioné información del método a utilizar, se le hará la sugerencia del método más conveniente de acuerdo a las características de la muestra.

7.2.1.5 El laboratorio realiza la verificación del método de acuerdo con el “Procedimiento Técnico de Determinación de Tamaño de Partículas” en un tiempo aproximado de 3 a 6 meses.

7.2.1.6 Cuando sea necesario de acuerdo a las necesidades de los usuarios el signatario de Determinación de Tamaño de Partículas puede desarrollar metodologías analíticas que se adapten a las especificaciones las muestras.

7.2.1.7 En este laboratorio no realiza desviaciones al “Procedimiento Técnico de Determinación de Tamaño de Partículas” a menos que sea sometido a un análisis y previa autorización además de ser justificada.



## **7.2.2 Validación de métodos.**

7.2.2.1 Este laboratorio desarrolla un método de tipo no normalizado por ello, se realiza la validación del mismo, tan amplia para satisfacer las necesidades de la aplicación.

7.2.2.2 En caso de realizarse cambios en el método establecido para la validación, se determinará la influencia de estos cambios. Cuando se llegará a encontrar que estos afectan la validación inicial, se debe realizar una nueva validación.

7.2.2.3 Las características establecidas para el método de validación son coherentes con los requisitos el uso previsto y las necesidades de los usuarios (Internos y Externos).

7.2.2.4 El laboratorio posee registros del Informe de validación para la técnica de determinación de tamaño de partículas, así como la documentación pertinente utilizada durante el desarrollo de la validación tal como:

- a) “Procedimiento de validación de Determinación de Tamaño de Partículas.”
- b) Especificaciones de los requisitos.
- c) Características de desempeño del método.
- d) Resultados obtenidos durante la validación.
- e) La declaración de validez del método, detallando su aptitud para el uso previsto.

7.3 Por política de la USAII, no realiza muestreo por ello este requisito no es aplicable.

## **7.4 Manipulación de los ítems de ensayo o calibración.**

*(Requisito 8.5.3 Propiedad perteneciente a los clientes o proveedores externos y 8.5.4 Preservación la NMX-CC-9001-IMNC-2015)*

7.4.1. Los involucrados en el manejo de las muestras, hacen uso del “*Procedimiento Administrativo de Prestación del Servicio Analítico Usuario Externo*”, “*Procedimiento Administrativo de Prestación del Servicio Analítico Usuario Interno*” así como del



“*Procedimiento Administrativo para el Manejo interno de muestras*”, para el correcto transporte, recepción, manipulación, protección, almacenamiento, retención y/o disposición final de las mismas.

En estos procedimientos se describen las medidas adecuadas para evitar el deterioro, contaminación, pérdida o daño de la muestra durante su estancia en USAII, en caso de ocurrir alguna de las anteriores el signatario tiene la obligación de realizar el registro en la bitácora de trabajo del laboratorio o en la bitácora el SIM además de informar a la Jefatura y comunicarse con el usuario para tomar acciones.

#### 7.4.2 (*Requisito 8.5.2 Identificación y trazabilidad la NMX-CC-9001-IMNC-2015*)

De acuerdo a los Procedimientos descritos en 7.4.1 el laboratorio cuenta con una estrategia para asignar identificación a las muestras de usuarios internos como de usuarios externos, por cual se elimina la posibilidad de existir ambigüedades en las muestras.

Dicha identificación se conserva durante la estancia de la muestra en el laboratorio.

7.4.3 Cuando las muestras ingresan al área de trabajo, el signatario verifica el cumplimiento de los requisitos establecidos en: “*Procedimiento Administrativo para el manejo interno de muestras*”, con el cual podrá determinar si la muestra es aceptada o no.

Como se menciona en el documento anterior; cuando la muestra no cumpla con lo solicitado, el signatario se comunicará con los usuarios (externo o internos), para dar solución a la desviación.

7.4.4 El signatario es responsable almacenar y/o colocar la muestra bajo condiciones específicas, cuando el usuario así lo solicite.

### **7.5 Registros técnicos.**

7.5.1 En este laboratorio se mantienen bajo resguardo los registros técnicos, tales como bitácoras de trabajo, de equipo etc.; durante 5 años como lo describe el documento



Procedimiento Administrativo para el Control de Documentos y Registros, los cuales permiten tener rastreabilidad.

7.5.2 Cuando se realizan modificaciones a los registros técnicos se conserva el documento original en conjunto del documento modificado.

## **7.6 Evaluación de la incertidumbre de medición.**

De acuerdo a los criterios de aplicación de la “ema” y la clasificación del método, la determinación de tamaño de partículas involucra mediciones físicas cualitativas, debido a ello no es requisito demostrar la incertidumbre del método.

## **7.7 Aseguramiento de la validez de resultados.**

*(Requisito 8.5.1 Control de la producción de la NMX-CC-9001-IMNC)*

7.7.1 Este laboratorio cuenta con el “Procedimiento de validación de Determinación de Tamaño de Partículas.”, así como el “Procedimiento técnico Determinación de tamaño de Partículas” sección 8. Donde se encuentran descritos:

- 1) Materiales de referencia certificados, usados en la validación del método.
- 2) Comprobación del equipo de medición.
- 3) Revisión de los resultados informados.

7.7.2 Este laboratorio no realiza comparaciones con otros laboratorios.

7.7.3 Se realizan gráficos control que nos permiten demostrar que el proceso se encuentra dentro de los criterios establecidos para el método.

## **7.8 Informe de resultados.**

*(Requisito 8.2.1 Comunicación del cliente de la NMX-CC-9001-IMNC-última versión).*

7.8.1 Generalidades.



7.8.1.1 La Jefatura de USAII, se encarga de revisar y autorizar los informes de la técnica de DTP, previo a su liberación.

7.8.1.2 Los resultados obtenidos durante el análisis son suministrados de manera exacta, clara, inequívoca y objetiva a través de un informe de servicios analíticos que incluye la información acordada con el cliente, así como la necesaria para su correcta interpretación, esto en el caso de los Usuarios Externos.

Los resultados de Usuarios Internos se entregan en formato pdf, los cuales son generados de manera directa en el software del equipo Mastersizer.

Se conservan registros de información de los análisis emitidos por este laboratorio.

7.8.1.3 Se realizará informe simplificado al Usuario Externo, solo en el caso de que este lo solicite, y se tendrá un registro disponible de los datos del cliente.

## **7.8.2 Requisitos comunes para los informes (ensayo).**

7.8.2.1. Al emitir informes para los Usuarios Externos el laboratorio hace uso del “*Formato para el informe de servicio analítico*”, establecido por el Sistema de Gestión de la Calidad de la USAII, en el cual se describe la siguiente información:

a) Título: Informe de Servicio Analítico con clave.

b) Escudo de la UNAM y logotipo de USAII, identificación de la Dependencia Universitaria, nombre y dirección del área de trabajo, ubicado en el encabezado y pie de página.

c) En el pie de página se incluye una leyenda remarcada “No se autoriza su reproducción parcial sin la previa autorización por escrito de la USAII”.

d) Identificación única del informe, a través del número consecutivo correspondiente a la muestra a la cual se hace referencia en el informe, el número de página y el total de páginas, para asegurar que se reconozca como parte del informe.



e) Nombre del usuario y su dirección

f) El número 1 corresponde a la identificación de la muestra, en donde se describen las condiciones sin ambigüedad de la muestra analizada. Además se registra la fecha de recepción y la de análisis.

g) El número 2 es el objetivo del análisis.

h) El número 3 se refiere al método analítico utilizado.

i) El número 4 incluye los resultados del análisis.

j) El número 5, solo en el caso de que lo soliciten, se refiere a la interpretación de los resultados.

k) Al final el informe se incluye el (los) nombres, función(es) y firma(s) o identificación equivalente de los signatarios y el VoBo del Jefe de la USAII que autorizan el informe del análisis. Se anexa una nota con la siguiente información “Los resultados analíticos generados en la USAII tienen solo alcance de la muestra entregada en nuestras instalaciones, por lo que no asumimos responsabilidad alguna por el origen de la misma”.

7.8.2.2 Este laboratorio conforme al establecido por la USAII, se hace responsable de toda la información suministrada en los informes, excepto cuando la información sea indicada por el cliente.

### **7.8.3 Requisitos específicos para los informes de ensayo.**

Además de los requisitos del apartado 7.8.2, los informes de ensayo incluyen siguiente y en el caso de ser necesario se realiza la interpretación de los resultados:

a) Información sobre las condiciones específicas del ensayo, tales como condiciones ambientales.



b) No aplica la declaración de conformidad por ser la USAII un laboratorio de investigación.

c) Cuando sea aplicable, la incertidumbre de medición presentada en la misma unidad que el mensurando o en un término relativo al mensurando (por ejemplo, porcentaje) cuando:

-Sea pertinente a la validez o aplicación de los resultados del ensayo.

-Una instrucción del cliente que lo requiera

-La incertidumbre de medición afecta la conformidad con un límite de especificación.

d) Cuando sea apropiado, opiniones e interpretaciones.

e) Información adicional que pueda ser requerida por métodos específicos, autoridades, usuarios o grupos de usuarios.

7.8.4 Requerimientos específicos para los certificados de calibración.

7.8.4.1 No aplica porque la USAII no hace resultados de calibración.

7.8.5 Información de muestreo -Requisitos específicos.

La USAII no realiza actividades de muestreo.

7.8.6 Información sobre declaraciones de conformidades.

7.8.6.1 Por el tipo de laboratorio que es la USAII, no aplica la declaración de conformidad en los informes de servicio analítico.

7.8.7 Información sobre opiniones e interpretaciones.

7.8.7.1 Cuando se expresan opiniones solo lo realiza el personal autorizado.

7.8.7.2 En las áreas de trabajo de la USAII no se emiten opiniones ni interpretaciones en los informes de resultados referentes al cumplimiento o no de especificaciones o normas.



7.8.7.3 Cuando las opiniones e interpretaciones se comunican mediante un dialogo con el cliente se conservan los registros de tales diálogos solicitándolos por escrito.

7.8.8 Modificaciones de los Informes.

7.8.8.1, 7.8.8.2 En este laboratorio conforme a lo establecido por la USAII, no pueden existir modificaciones de fondo a los informes de resultados debido al tipo de información que generamos, mientras el equipo este abajo control los resultados son obtenidos son generados por la misma muestra por lo cual no están sujetos a la modificación.

7.8.8.3 Cuando sea necesario emitir un nuevo informe completo, se identifica de forma única con adición de la letra “c” y debe contener la referencia al original al que reemplaza.

## **7.9 QUEJAS.**

7.9.1 Es política de USAII, que el personal de este laboratorio atienda de manera inmediata y personalmente las quejas que los usuarios pudieran presentar esto de acuerdo a los descrito en el Procedimiento Administrativo de Quejas.

7.9.2 El laboratorio aplicará el *“Procedimiento Administrativo Control de las No conformidades”*; *“Procedimiento Administrativo de Acciones Correctivas”* de la USAII, después de haber recibido una queja.

7.9.3 El *“Procedimiento Administrativo de Quejas”* que se realiza este laboratorio incluye:

- a) Descripción del proceso de recepción, validación, investigación de la queja y decisión sobre las acciones a tomar para darles respuesta.
- b) El seguimiento y registro de quejas, que incluye las acciones tomadas para resolverlas.
- c) Asegurarse de tomar las acciones apropiadas.

7.9.4 El signatario es responsable de recopilar y verificar la información de la queja presentada.



7.9.5 El laboratorio en medida de lo posible se compromete en acusar de recibido de la queja y de facilitar al usuario (interno o externo) informes del progreso, así como de presentar la resolución.

7.9.6 Los resultados que sean emitidos en respuesta a la queja presentada, serán revisados y aprobados por la Jefatura de la USAII y el responsable del Sistema de Calidad.

7.9.7 El laboratorio informará de manera formal al Usuario (Interno o Externo), que presentó la queja respecto al cierre del tratamiento de su queja.

#### **7.10 Trabajo no conforme.**

##### **(Requisito 8.7 Control de las salidas no conformes)**

7.10.1 y 7.10.2 Cuando se presente un producto no conforme (salidas de usuarios externos), de acuerdo a lo establecido por USAII y basados en los servicios prestados por este laboratorio se aplicará el *“Procedimiento Administrativo Control de las No Conformidades”*.

#### **7.11 Control de los datos y Gestión de la Información.**

7.11.1 El signatario tiene acceso exclusivo a los datos generados durante el análisis, así como a la información necesaria para llevar a cabo las actividades correspondientes a la técnica.

7.11.2 El equipo que es utilizado durante el análisis posee un software comercial para el análisis de los datos por lo cual no se desarrolló un procedimiento de validación exhaustiva.

7.11.3 El equipo de cómputo y de análisis de la técnica de DTP, cumple con lo siguiente:

a) Está protegido contra acceso no autorizado, mediante el uso de claves solicitadas por el software y de las cuales solo tiene conocimiento el signatario.



b) Estar salvaguardado contra la manipulación indebida y pérdida de los resultados analíticos.

c) Ser operado en un ambiente que cumple con las especificaciones descritas por el proveedor.

d) Recibir Mantenimiento constante y oportuno asegurándose de mantener integra la información.

e) Registro de fallas en bitácora de uso del equipo, y atención especializada por asesores técnicos del área.

7.11. 4 En este laboratorio no se permite la gestión de la información, fuera del sitio o por proveedores.

7.11.5 Las instrucciones, manuales y datos de referencia pertinentes a la técnica de DTP se mantienen fácilmente disponibles, en documentos recopilados en carpetas así como en archivos electrónicos.

7.11.6 El equipo MASTERSIZER 2000, realiza los cálculos de manera automatizada, debido a ello se posee evidencia de la transferencia de datos, a través de las bitácoras de uso.

## **8 REQUISITOS DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD.**

*4.2 “Sistema de Calidad” (Requisito 4.4.1 sistema de gestión de la calidad y sus procesos NMX-CC-9001-IMNC-2015).*

### **8.1 Opciones.**

Este laboratorio como parte de la USAII, de acuerdo al sistema de gestión de calidad con la norma 9001, sigue la opción B.



8.1.3 Este laboratorio es capaz de demostrar el cumplimiento coherente de los requisitos que sustentan al sistema de calidad.

*(Requisito 8.1 Planificación y 8.5.1 Control de la producción y de la procesión del servicio de la NMX-cc-9001-IMNC-2015).*

8.1 Se cuenta con registro de la planificación, implementación y control de procesos necesarios para el cumplimiento de los requisitos para la provisión de productos y servicios.

a) En el “Procedimiento administrativo de la prestación del servicio analítico para usuarios Internos” y el “Procedimiento administrativo de la prestación del servicio analítico para usuarios Externos”, los requisitos establecidos para la prestación del servicio.

a) Se establecen en los documentos descritos en el inciso anterior y “*Procedimiento técnico para determinación de tamaño de partículas.*”

1) El procedimiento analítico.

2) Los criterios establecidos para prestación del servicio.

b) El laboratorio de acuerdo a lo establecido por la USAII, posee controles de procesos descritos en los documentos “*Plan de Calidad Prestación de Servicio Analítico Usuarios Externos*”, “*Plan de Calidad Prestación del Servicio Analítico Usuarios Internos*”, “*Plan de Calidad Proceso Directivo*”; “*Plan de Calidad Proceso de Gestión de los Recursos*”, “*Plan de Calidad Procesos de Medición, Análisis y Mejora*”.

c) En 8.1 c, se describen los documentos que contienen la información necesaria para la operación y seguimiento de las operaciones de este laboratorio.

d) Se realiza el seguimiento, medición y análisis de sus procesos de acuerdo al plan de calidad que se establece por la USAII para este laboratorio

(Requisitos 9.1.1 Seguimiento, medición, análisis y evaluación 9.1.3 Análisis y evaluación de la norma NMX-CC-9001-INMC-2015).

## 8.2 Documentación del sistema de gestión.



**8.2.1** El laboratorio de Análisis Elemental como parte de la USAII, establece, documenta y mantiene las políticas y objetivos para el cumplimiento del sistema de gestión de calidad.

### **POLÍTICA DE CALIDAD DE LA USAII.**

*(Requisitos 5.2 Política 5.2.1 Establecimiento de la política de calidad 5.5.2 Comunicación de la política de la calidad 6.2 Objetivos de la calidad y planificación para lograrlos de la norma NMX-CC-9001-IMNC-2015)*

#### **Política de calidad.**

*Es política de calidad de la USAII proporcionar servicios analíticos especializados de calidad que generen resultados confiables para satisfacer las necesidades de información analítica relacionada a la investigación en la Facultad de Química, de la UNAM y otras instituciones académicas; así como la industria. La USAII se compromete a aplicar buenas prácticas profesionales en la obtención de la información analítica, conocer e implementar las políticas y procedimientos en su trabajo y mejorar continuamente su sistema de gestión de calidad, de acuerdo con la NMX-CC-9001-IMNC última versión y NMX-EC-17025-IMNC última versión.*

#### **MISIÓN.**

Ser un laboratorio que presta servicios analíticos con calidad, adaptados a las necesidades de la investigación que se realiza en la Facultad de Química así como en otras instituciones académicas y en la industria. Que además desarrolla investigación metodológica en las técnicas analíticas de su competencia para mejorar y ofrecer calidad de la información analítica.

#### **VISIÓN.**

Ser una unidad líder en la prestación de servicios analíticos, en continua actualización para contribuir al desarrollo científico y tecnológico de México.

**8.2.2** La política y los objetivos de calidad del laboratorio, son congruentes de acuerdo con la competencia del mismo así como la política de imparcialidad.

**8.2.3** *(Requisito 5.1 Liderazgo y compromiso de la NMX -CC-9001-2015)*



El Director del “Sistema de Calidad”, es el jefe de la USAII, quien se compromete a desarrollar y apoyar la implementación del “Sistema de Calidad”, y mejorar continuamente su eficiencia además al establecer las políticas generales y de calidad, los objetivos de calidad, las revisiones por la dirección y al asegurar la disposición de recursos para la operación de la USAII.

8.2.4 Toda la documentación, procesos, sistemas, registros, relacionados con el cumplimiento de los requisitos de este Manual de Calidad para la técnica de DTP se referencian o vinculan al Sistema de Calidad de USAII.

8.2.5 El personal de este laboratorio tiene conocimiento y acceso a la documentación referente al sistema de calidad a través de un sitio electrónico.

**8.3 Control de documentos del sistema de Calidad** (*Requisito 7.5 Información documentada de NXM -CC-9011-2015*).

**8.3.1** El laboratorio, en función de lo establecido por la USAII, cuenta con el “*Procedimiento Administrativo de Documentos y Registros*”, donde se describe el control de los documentos internos relacionados con el sistema de gestión de calidad.

En cuanto a los documentos externos, como normas, reglas, metodologías, instrucciones, etc., se controlan archivándose e identificándose, además se mantienen en revisión para el cumplimiento de su vigencia.

8.3.2. Este laboratorio hace uso del “*Procedimiento Administrativo de Documentos y Registros*” donde se describen las características para elaborar, revisar y aprobar documentos.

Además el signatario responsable de la técnica trabaja en conjunto con el Responsable del Sistema de Calidad para asegurarse de que:

a) Los documentos sean revisados en su elaboración o actualización para su aprobación y este además se dan a conocer a los todos miembros del laboratorio.



- b) Los documentos se revisan en un periodo de 2 años y se actualizan, en caso de ser necesario se realizará antes, asegurándose del cumplimiento de los mismos.
- c) Cuando se realizan cambios, estos se describirán e identificarán en el propio historial del documento.
- d) Las versiones pertinentes de los documentos aplicables estén disponibles en los puntos de uso y cuando sea necesario además de llevar a cabo el control de su distribución.
- e) Los documentos están identificados inequívocamente de acuerdo a lo descrito en el Procedimiento Administrativo.
- f) Se previene el uso no intencionado de los documentos obsoletos, y la identificación adecuado se aplica a estos si se conservan por cualquier propósito.

**8.4 Control de Registros.** (*Requisito 7.5 Información documentada de NXM -CC-9011-2015*).

8.4.1 De acuerdo con lo establecido en el *“Procedimiento Administrativo para el Control de Documentos y Registros”*, se establecen los parámetros para la conservación legible, recolección, acceso, archivo, y almacén de los registros técnicos y de calidad que dan cumplimiento al presente documento.

8.4.2. El laboratorio cuenta con un registro único de sus documentos de acuerdo a lo establecido en 8.4.1. Que permite, el almacenamiento protección, copia de seguridad, archivo recuperación, de manera segura y pronta, además se establecen 5 años como tiempo de conservación del mismo.

**8.5 Acciones para elaborar riesgos y Oportunidades.**

(*Requisito 6.1 Acciones para abordar riesgos y oportunidades de la NMX-CC-9001-2015*).



Basados en las necesidades y requerimientos del laboratorio, el personal se encarga de identificar los riesgos y oportunidades de mejoras que se presentan en documento “*Análisis de Riesgos para la Técnica de Determinación de Tamaño de Partículas*” así como “*Programa de Mejora Continua*” dichos documentos nos permiten:

- a) Asegurar que el sistema de calidad que se ha establecido en el laboratorio logrará los resultados previstos.
- b) Actuar en mejora y cumplimiento de los objetivos de laboratorio.
- c) Prevenir o reducir los efectos no deseados los incumplimientos.
- d) Lograr la mejora.

8.5.2 A través del documento descrito en 8.5.1 el laboratorio consigue planifica:

- a) Las acciones para abordar los riesgos y oportunidades.
- b) La forma de integrar e implementar acciones para el sistema de Gestión de Calidad y Evaluar la eficiencia de estas acciones.

8.5.3 Las acciones tomadas para abordar los riesgos y las oportunidades son proporcionales al impacto potencial sobre la validez de los resultados emitidos para la técnica de DTP.

## **8.6 Mejora (Requisito 10.1 Mejoras Generalidades 10.3 Mejora continua de la NMX-CC-9001-2015).**

8.6.1 Este laboratorio siendo parte de la USAII, se mantiene en revisiones y actualizaciones de la política de calidad así como de los objetivos de calidad.

Se busca mantener constantes los indicadores de desempeño establecidos para la técnica de DTP, y en el caso de no ocurrir así se hace uso de herramientas de apoyo al sistema de calidad, como diagramas de Ishikawa.

8.6.2 La USAII, implementa el “*Cuestionario la voz del usuario*”, que nos permite retroalimentar de manera positiva y/o negativa a nuestro sistema de calidad y/o el servicio que ofrecemos.



**8.7 Acciones correctivas.** *(Requisito 10.2 No conformidad y acción correctiva de la NMX-CC-9001-2015).*

8.7.1. De acuerdo a lo establecido por el “Sistema de Calidad” de la USAII, este laboratorio implementa acciones correctivas que permitan controlar la causa de la no conformidad o de la desviación de las políticas y procedimientos.

b) Además se realiza la evaluación de acciones para eliminar las causas de la no conformidad, con el fin de que no vuelvan a ocurrir, a través de herramientas como: 5 porqués, Ishikawa lluvia de ideas.

8.7.2 Las acciones correctivas establecidas son las apropiadas a los efectos de las no conformidades.

8.7.3 El laboratorio conserva el registro como evidencia de:

- a) La naturaleza de las no conformidades.
- b) Los resultados obtenidos posterior al tratamiento de las acciones correctivas

## **8.8 Auditorías Internas.**

*(Requisito 9.2 Auditoría Interna de la NMX -CC-9001-IMNC-2015).*

8.8.1 y 8.8.2 Este laboratorio realiza las actividades planificadas por la USAII de acuerdo a lo establecido en el “*Procedimiento Administrativo de Auditorías Internas*”, “*Programa de Evaluaciones al Sistema de Calidad.*”

**8.9 Revisiones por la dirección.** *(Requisito 9.3 Revisión por la dirección de la NMX -CC-9001-IMNC-2015).*

8.9.1 En este laboratorio se adapta al calendario establecido por la USAII para la evaluación anual del “Sistema de Calidad”, de acuerdo a el “*Programa de Evaluaciones al Sistema de Calidad*”, así como en “*Procedimiento. Administrativo Revisiones por la Dirección*”, con los



que se planifica, establece, implementa y mantiene asegurada la eficacia, operación, control del proceso.

8.9.2 Durante la revisión; la dirección de la USAII, tomarán en consideración:

- a) Adecuación de Políticas y Procedimientos.
- b) Desempeño del proceso y conformidad del servicio analítico.
- c) Informes del signatario y de la supervisión.
- d) informes de auditorías recientes.
- e) Estado de las acciones correctivas recientes (en el caso de existir).
- f) Evaluaciones por organismos externos.
- g) Seguimiento de las acciones emitidas durante otras revisiones por la dirección.
- h) Inspecciones por paseo realizado por el Jefe de la USAII y el Responsable del Sistema de Calidad.
- i) Retroalimentación a los usuarios (internos y externos).
- j) Quejas
- k) Cambios en el proceso que pudieran afectar al “Sistema de Calidad”
- l) Recomendaciones para la mejora.
- m) Grado de cumplimiento de los objetivos de calidad.



- n) Eficacia de acciones tomadas para abordar riesgos y las oportunidades.
- o) Otros factores, referentes al Sistema de Calidad del Laboratorio

8.9.3 Las decisiones y acciones tomadas por la dirección serán registradas de acuerdo el Formato de Revisiones por la Dirección. El Responsable del Sistema de Calidad será el encargado de revisar que se realicen las acciones acordadas en el tiempo acordado.

### 9.0 Concordancia por las normas internacionales.

N/A

## 10 ANEXOS.

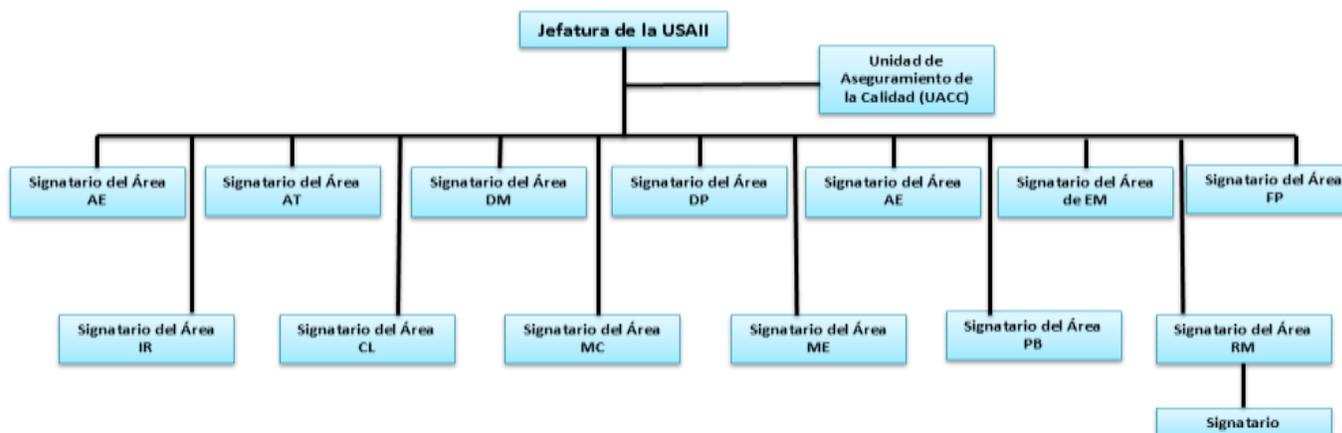
### Anexo 1. Esquema de Imparcialidad para DTP.



En este esquema se describen los posibles factores que pueden afectar en el proceso de la imparcialidad de manera particular a la técnica de DTP.



## Anexo 2. "Organigrama de USAII"



Organigrama de la USAII mediante el cual se representa la estructura organizacional y los niveles de la misma. (Recuperado de <http://www.usai-fqunam.mx/>)

## Anexo 3. Tabla de capacidad Instalada.

Área	Número de muestras en un día laboral (8 h)	Área	Número de muestras en un día laboral (8 h)
EA	2, de acuerdo con la preparación de muestras y métodos de atomización	PB	Electroforesis 1D Y 2D 81 PCR tiempo real (3) punto Digestión de proteínas (10)
AE TP	8 a 10 Vía húmeda:4 Vía seca:10	EM	CG-EM Tiempo de vuelo:3 CG-EM Cuadrupolar :3 TOF alta resolución :6
AT	4	MC	Cofocal:10
DM	1 Considerando el promedio de tiempo de muestra es de 6 h, pero varía de acuerdo con las características de las muestras.	ME	Barrido: 30,10 imágenes máximo por muestra.480 microanálisis. Transmisión: 8,10 imágenes máximo por muestra ,100 microanálisis.
DP	6	RM	8 experimentos
IR	10	CL	Identificación de proteínas :4 EM-ESI:8 Hplc-DAD-ELSD:2 a 3
FP	Purificación de proteínas: 4 a 6 HPLC: 10 corridas en el equipo		

Tabla de capacidad instalada en las áreas de trabajo de USAII. (Tomada de manual de Calidad pp.239)

