



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

---

PROGRAMA DE MAESTRIA Y DOCTORADO EN  
INGENIERIA

REQUISITOS GENERALES PARA LA  
COMPETENCIA DE LOS LABORATORIOS  
DE INVESTIGACIÓN, DESARROLLO Y  
ANÁLISIS NO RUTINARIOS

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

MAESTRO EN INGENIERIA

Ingeniería en Sistemas – Sistemas de Calidad

P R E S E N T A :

QFB. VICTOR HUGO LEMUS NERI

TUTOR:

Dra. María de los Ángeles  
Patricia Olvera Treviño

2012



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: Dr. José Sámano Castillo

Secretario: M. en C. María del Socorro Alpizar Ramos

Vocal: Dr. Alejandro Barragán Ocaña

1er. Suplente: Ing. Francisco Jerónimo Nieto Colín

2do. Suplente: Dra. María de los Ángeles Patricia Olvera  
Treviño

Lugar donde se realizó la tesis:

**Facultad de Química. UNAM**

**Tutor de tesis:**

Dra. María de los Ángeles Patricia Olvera Treviño

---

Firma

## **Agradecimientos**

A la Universidad Nacional Autónoma de México por ayudar a mantener las mentes abiertas y por darme cobijo durante todos estos años.

Quiero agradecer al Dr. Jose Samano, M en C Socorro Alpizar, Dr. Alejandro Barragán y al Ing. Francisco Nieto, por el tiempo que dedicaron a revisar este trabajo, por sus valiosos comentarios y aportaciones.

A la Dra. Ángeles Olvera por su tutoría y dirección.

Al personal de la USAI especialmente al M en C. Humberto Gomez, M en I. Elsa Flores, M en C. Nayeli Lopez, Q. Cecilia Salcedo, QFB. Margarita Guzmán, Q. Georgina Duarte, Q. Maricela Gutierrez y al Dr. Marcos Flores.

## **Dedicatorias**

A mis padres por darme su apoyo incondicional en todo momento.

A mi linda esposa Remedios, por estar siempre conmigo, en la buenas y en las malas, por su paciencia y por todo el apoyo que siempre me brinda. Te amo mucho.

A mi familia que siempre esta cuando la necesito, en especial a mi tío Alberto Lemus, por brindarme su amistad y apoyo.

A mis abuelos "Licha y Pedro" a mis tíos Rodolfo, Salud, Jose, Gabino y a mis primos Erick, Arlet.

**A la memoria de:**

mi abuelita "LUPITA"

mi abuelo "QUINTIN"

mi bisabuela "CHUCHA"

y mi tío "Gerardo"

Resumen.....	vii
Abstract.....	viii
Capitulo 1. Antecedentes.....	1
1.1. Definición de Norma.....	1
1.2. Organismos Nacionales de Normalización.....	1
1.2.1. Sociedad Mexicana de Normalización y Certificación, S.C.....	1
1.2.2. Instituto Mexicano de Normalización y Certificación, A.C.....	2
1.2.3. Asociación Nacional de Normalización y Certificación, A.C.....	2
1.2.4. Instituto Nacional de Normalización Textil, A.C.....	2
1.2.5. Organismo Nacional de Normalización y Certificación de la Construcción y Edificación, S.C.....	2
1.2.6. Normalización y Certificación Electrónica, A.C.....	3
1.3. Organismos Internacionales de Normalización.....	3
1.3.1. Organización Internacional de Normalización.....	3
1.3.2. EURACHEM.....	4
1.4. El IMNC y el desarrollo de normas.....	6
1.4.1. Procesos y procedimientos.....	6
1.4.2. Etapas del desarrollo de normas.....	7
1.4.3. Redacción de normas.....	8
1.4.4. Sectores interesados.....	9
1.4.5. Comités técnicos de normalización nacional.....	10
Capitulo 2.....	11
2.1. Planteamiento del problema.....	11
2.2. Objetivos.....	12
2.3. Hipótesis.....	12
Capitulo 3. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios.....	13
0 Introducción.....	13
1 Objeto y Campo de Aplicación.....	14

2	Referencias Normativas .....	14
3	Términos y definiciones .....	14
4	Requisitos relativos a la gestión .....	16
4.1	Organización .....	16
4.2	Sistema de gestión .....	18
4.3	Control de los documentos .....	20
4.4	Revisión de los pedidos, ofertas y contratos .....	22
4.5	Subcontratación de ensayos .....	22
4.6	Compras de servicios y suministros .....	23
4.7	Servicio al cliente .....	23
4.8	Quejas .....	24
4.9	Control de trabajos de ensayos no conformes .....	24
4.10	Mejora .....	25
4.11	Acciones correctivas .....	25
4.12	Acciones preventivas .....	26
4.13	Control de los registros .....	26
4.14	Auditorias Internas .....	27
4.15	Revisiones por la dirección .....	28
5	Requisitos técnicos .....	29
5.1	Generalidades .....	29
5.2	Pruebas analíticas, diseño del proyecto y plan de investigación .....	31
5.3	Personal .....	34
5.4	Instalaciones y condiciones ambientales .....	35
5.5	Métodos de ensayo y validación de los métodos .....	36
5.6	Equipos .....	39
5.7	Trazabilidad de las mediciones .....	41
5.8	Muestreo .....	43
5.9	Manipulación de las muestras .....	44
5.10	Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo .....	45
5.11	Informe de los resultados .....	47
Capitulo 4. Implementación del Sistema de gestión .....		51
4.1	Manual de Calidad .....	51
0	Introducción .....	51
1	Objeto y campo de aplicación .....	52
2	Referencias normativas .....	54
3	Términos y definiciones .....	54
4	Requisitos Relativos a la gestión .....	54
5	Requisitos técnicos .....	69
4.2	Calificación de equipos .....	87
0	Introducción .....	87



1	Objetivo .....	87
2	Alcance .....	87
3	Calificación de diseño .....	88
4	Calificación de instalación .....	88
5	Calificación de operación .....	89
6	Calificación de desempeño .....	93
7	Conclusión .....	97
8	Referencias .....	98
4.3	Estimación de la incertidumbre .....	99
0	Introducción .....	99
1	Objetivo .....	99
2	Alcance .....	99
3	Descripción del principio de medida .....	99
4	Factores que contribuyen con la incertidumbre .....	100
5	Referencias .....	112
4.4	Validación del Método .....	113
0	Introducción .....	113
1	Objetivo .....	113
2	Alcance .....	113
3	Descripción del método de medida .....	114
4	Análisis de Material de referencia .....	115
5	Estimación de la incertidumbre de la medición .....	120
6	Evaluación del Limite de detección y del limite de cuantificación .....	120
7	Calibración instrumental y gráficos de control .....	121
8	Referencias .....	123
Capitulo 5. Discusión .....		124
5.1	Sistema de gestión .....	124
5.2	Requisitos técnicos .....	126
Capitulo 6. Conclusiones .....		129
Bibliografía .....		130
Anexo .....		133
1.	Referencias cruzadas EURACHEM y NMX-EC-17025-2006 .....	134
2.	Gráficos de control para C.H.N y S .....	135
3.	Espectroscopia AT. RMN e IR .....	137

**Lista de tablas**

Tabla 1. Objetivos de la calidad.....	59
Tabla 2. Condiciones de humedad y temperatura de las diferentes áreas de la USAI.....	74
Tabla 3. Requisitos generales para la adquisición del equipo de análisis elemental.....	88
Tabla 4. Condiciones de instalación y verificación del contenido de cajas.....	89
Tabla 5. Resultados pruebas de operación.....	89
Tabla 6. Pruebas iniciales de operación.....	90
Tabla 7. Resultados de análisis de estándares.....	91
Tabla 8. Pruebas de Arranque.....	91
Tabla 9. Criterio de aceptación para la precisión de blancos instrumentales.....	91
Tabla 10. Registro de resultados de análisis de blancos instrumentales.....	92
Tabla 11. Criterio de aceptación para la precisión de factor k.....	92
Tabla 12. Registro de resultados de análisis de factores K.....	92
Tabla 13. Resultados del análisis de Cistina y Acetanilida.....	92
Tabla 14. Pruebas de arranque para desempeño.....	93
Tabla 15. Especificaciones de blancos instrumentales.....	94
Tabla 16. Registro de blancos instrumentales.....	94
Tabla 17. Especificaciones para el factor K.....	94
Tabla 18. Registro de factores k.....	94
Tabla 19. Resultados del análisis de Cistina y Acetanilida.....	94
Tabla 20. Verificación del desempeño por análisis de diversos estándares.....	95

Tabla 21. Pruebas de arranque.....	95
Tabla 22. Especificaciones blancos instrumentales.....	96
Tabla 23. Registro de blancos instrumentales.....	96
Tabla 24. Especificaciones factor K.....	96
Tabla 25. Registro de factores K.....	96
Tabla 26. Resultados de análisis de Cistina y Acetanilida .....	97
Tabla 27. Verificación mediante análisis de varios estándares.....	97
Tabla 28. Resultados del análisis de Cistina para prueba de precisión .....	102
Tabla 29. Tabla de medias y desviación estándar entre analistas .....	102
Tabla 30. Resultados para los diferentes niveles .....	104
Tabla 31. Resultados y cálculos de SR y SL.....	104
Tabla 32. Estudio de precisión para Carbono.....	105
Tabla 33. Estudio de precisión para Hidrógeno.....	105
Tabla 34. Estudio de precisión para Nitrógeno .....	106
Tabla 35. Estudio de precisión para Azufre .....	106
Tabla 36. Promedio SR y $SR^2$ por elemento.....	107
Tabla 37. Reporte de la incertidumbre asociada al marco de pesas.....	107
Tabla 38. Resultados de análisis de Cistina generados en un día de trabajo habitual .....	108
Tabla 39. Incertidumbre asociada al material de referencia.....	109
Tabla 40. Incertidumbre asociada tipo A.....	109
Tabla 41. Estándares utilizados en análisis Elemental.....	110

Tabla 42. Pureza de los estándares reportada por Análisis Térmico.....	111
Tabla 43. Incertidumbre combinada.....	112
Tabla 44. Incertidumbre expandida del método de Análisis Elemental.....	112
Tabla 45. Incertidumbre y porcentaje teórico reportados para el material de referencia.....	115
Tabla 46. Resultados del análisis de cistina MR en el laboratorio.....	116
Tabla 47. Estándares con lo que cuenta el laboratorio.....	116
Tabla 48. Resultados del estudio por Espectroscopia de Infrarrojo.....	118
Tabla 49. Resultados del estudio por Resonancia Magnética Nuclear.....	118
Tabla 50. Resultados obtenidos por Análisis Térmico.....	119
Tabla 51. Incertidumbre expandida para el método de análisis Elemental.....	120
Tabla 52. Resultados del análisis de Bromuro de Potasio.....	120
Tabla 53. Limite de detección y cuantificación para el equipo de Análisis Elemental.....	121

**Lista de Figuras**

Figura 1. Descripción del principio de operación del equipo de análisis elemental.....	100
Figura 2. Resultados del análisis estadístico usando minitab 14.....	103
Figura 3. Descripción del principio de medida del equipo de Análisis elemental.....	114
Figura 4. Formula molecular de la cistina.....	119
Figura 5. Grafico para carbono.....	122

## Resumen

La actual demanda de información analítica ha generado que instituciones, que realizan investigación y desarrollo, implementen sistemas de calidad formales, y de esta manera puedan ofrecer confianza y credibilidad en los resultados generados.

La UNAM impulsa y fomenta el desarrollo en sus diferentes áreas de investigación, es por ello que la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación (USAI), ha tomado su sistema de calidad como una herramienta competitiva, para lo cual es necesario en primer lugar, obtener la certificación por el Instituto Mexicano de Normalización y Certificación (IMNC) y subsecuentemente solicitar la acreditación ante la Entidad Mexicana de Acreditación (EMA), lo cual ha generado un nuevo sector de acreditación. Sin embargo, el estado actual de la normatividad mexicana no ha evolucionado al ritmo que la sociedad lo requiere y producto de ello es que actualmente, no existe ninguna norma que sirva para acreditar laboratorios que realizan investigación y desarrollo.

El presente trabajo de tesis pretende, proveer un modelo que pueda ser usado por los laboratorios de investigación para obtener la acreditación por parte de la EMA. El capítulo tres propone el documento "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios", el cual integra lineamientos de la norma mexicana NOM-17025-IMNC-2006 y de la guía de EURACHEM / CITAC "Quality Assurance for Research and development and Non-routine Analysis". Se pretende proponer como proyecto de norma mexicana dicho documento.

Continuando con el desarrollo de esta tesis, el capítulo cuatro funge como modelo para el cumplimiento y evaluación del documento propuesto, mediante la generación de un manual de calidad así como los documentos para la calificación de equipos, estimación de la incertidumbre y validación del método, los cuales son temas que generan controversia entre el equipo auditor y los laboratorios de investigación.

Palabras clave: Acreditación, Investigación y desarrollo, Sistema de calidad, USAI

## **Abstract**

Current demand for analytical information has generated implementation of formal quality systems in some institutions that do research and development and *in this way could offer* quality assurance and credibility about the results obtained.

UNAM encourages and promotes development in different investigation areas, for this reason the USAI (Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación) has taken its quality system as a competitive tool. However current state of Mexican normativity has not evolutioned at the rate of society requirements and as a consequence it does not exist any norm that could certify research and development laboratories.

The aim of this work is to provide a model that could be used in research laboratories in order to obtain accreditation by EMA (Entidad Mexicana de Acreditación). Chapter 3 proposes the document: General Requirements for the Competence of Research Laboratories, Development and Non-routine Analysis which include the Mexican Norm NOM-17025-IMNC-2006 and the EURACHEM/CITAC guide Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis.

Afterwards the chapter 4 works as a model for the accomplishment and evaluation of the proposed document through the implementation of a Quality Manual as well as the equipment qualification, uncertainty estimation and method validation, all which are subjects of controversy between auditor team and investigation laboratories.

## Capítulo 1. Antecedentes

### 1.1 Definición de norma

De acuerdo con ley federal sobre metrología y normalización norma es *“La que elabore un organismo nacional de normalización, o la secretaria, que prevé para un uso común y repetido reglas, especificaciones, atributos, métodos de prueba, directrices, características o prescripciones aplicables a un producto, proceso, instalación, sistema, actividad, servicio o método de producción u operación, así como aquellas relativas a terminología, simbología, embalaje, marcado o etiquetado”* <sup>(16)</sup>. El Instituto Mexicano de Normalización (IMNC), en su página de internet define una norma como *“Un documento establecido por consenso y aprobado por un organismo reconocido que establece, para un uso común y repetido, reglas, directrices o características para ciertas actividades o sus resultados, con el fin de conseguir un grado óptimo en un contexto dado”* <sup>(13)</sup>.

La elaboración de normas mexicanas debe basarse en resultados consolidados y demostrables por la ciencia, la técnica o la experiencia y estar dirigidas al desempeño óptimo y en beneficio de la sociedad.

Para desarrollar una norma es necesario generar un anteproyecto, el cual es emitido por una dependencia de la administración para Normas Oficiales Mexicanas (NOM) y por un Organismo Nacional de Normalización para Normas Mexicanas (NMX), el siguiente paso es publicarlo como proyecto de norma en el Diario Oficial de la Federación, por un periodo de 60 días naturales mínimo para comentarios u observaciones.

### 1.2 Organismos Nacionales de Normalización <sup>(13)</sup>

A continuación se mencionan los organismos mexicanos de normalización:

#### 1.2.1 Sociedad Mexicana de Normalización y Certificación, S.C. (NORMEX)

NORMEX fue registrado como organismo nacional de normalización el 8 de diciembre de 1993, en las áreas de:

- a. Envase y embalaje (Industria alimentaria)
- b. Calidad de servicios para la industria técnica (Cerrajería, heliografía, etc.)
- c. Muebles (de madera, cocinas integrales, de oficina)
- d. Sector metal-mecánico (Artículos de metales no ferrosos)

- e. Bienes de capital (Calidad de bombas para el manejo de fluidos)
- f. Sector del papel; cartón y papel de escritorio (Formas continuas para negocios e impresoras, cartón gris y láminas de cartón, cajas de cartón, artículos de papel escolares y de negocios y fotografía).
- g. Sector químico y paraquímico (Diluyentes de adelgazadores)
- h. Productos y materias para construcción (Herrería, mosaicos, mármol)
- i. Sector alimentos procesados y bebidas no alcohólicas (genérico) y bebidas alcohólicas.
- j. Productos diversos (Persianas, cortinas y cortineros metálicos, etc.)

#### 1.2.2 Instituto Mexicano de Normalización y Certificación, A.C. (IMNC)

El IMNC fue registrado el 1 de marzo de 1994 como Organismo Nacional de Normalización en las siguientes áreas:

- a. Sistemas de calidad (en general)
- b. Turismo
- c. En el área de metrología
- d. En el área de sistemas de administración ambiental
- e. En el área de grúas y dispositivos de elevación
- f. En el área de artes gráficas
- g. En el área de sistemas de administración de la seguridad y salud en el trabajo

#### 1.2.3 Asociación Nacional de Normalización y Certificación, A.C. (ANCE)

ANCE fue registrado como Organismo Nacional de Normalización el 8 de abril de 1994, en el sector eléctrico (productos) y en el sector de aparatos domésticos, el 30 de junio de 2000 ANCE obtuvo su registro en el área de instalaciones eléctricas, sistemas de canalizaciones y de soportes para cables.

#### 1.2.4 Instituto Nacional de Normalización Textil, A.C. (INNTEX)

INNTEX fue registrado como Organismo Nacional de Normalización el 25 de noviembre de 1994, en el sector de fibras, textil y vestido.

#### 1.2.5 Organismo Nacional de Normalización y Certificación de la Construcción y Edificación, S.C. (ONNCCE)

ONNCCE fue registrado como Organismo Nacional de Normalización el 30 de noviembre de 1994, para elaborar y expedir normas mexicanas sobre materiales, productos, procesos, sistemas, métodos,



instalaciones, servicios o actividades relacionadas con la industria de la construcción, referente a las áreas derivadas del cemento, concreto; así como fibro-cemento, vivienda de interés social, madera, ahorro de agua, siderúrgica, válvulas y conexiones, pinturas y lo concerniente exclusivamente con servicios relacionados con herrería, mosaicos, mármol y arcilla extruida.

#### 1.2.6 Normalización y Certificación Electrónica, A.C. (NYCE)

NYCE fue registrado como Organismo Nacional de Normalización el 25 de septiembre de 1995, en el campo de la industria electrónica, telecomunicaciones e informática.

### 1.3 Organismos Internacionales

#### 1.3.1 Organización Internacional de Normalización (ISO) <sup>(14)</sup>.

Conocido por sus siglas en inglés como “*International Organization for Standardization*” es una organización internacional de normalización. ISO es una red de institutos de estándares nacionales con 163 países, con una Secretaría General en Ginebra, Suiza, que coordina el sistema.

ISO es una organización no gubernamental que crea un enlace entre el sector público y privado. Por un lado, muchos de sus institutos miembros forman parte de la estructura gubernamental de sus países, o están obligados por su gobierno. Por otra parte, otros miembros tienen sus raíces únicamente en el sector privado, habiendo sido creada por las asociaciones de la industria.

Por lo que, las normas ISO permiten llegar a soluciones que satisfagan tanto las necesidades de la industria como las necesidades de la sociedad. Las normas ISO consideran lo siguiente:

- a. Desarrollo, fabricación y suministro de productos así como servicios de manera más eficientes, segura y limpia.
- b. Facilitar el comercio entre los países
- c. Proporcionar a los gobiernos una base técnica para la salud, la seguridad, la legislación ambiental y la evaluación de conformidad
- d. Compartir los avances tecnológicos y buenas prácticas de gestión
- e. Difundir la innovación
- f. Proteger a los consumidores y usuarios en general, de productos y servicios
- g. Hacer la vida más simple, proporcionando soluciones a problemas comunes

Las principales características de ISO son:

- a. Democrática: Todos los integrantes tienen derecho a participar en el desarrollo de cualquier norma que consideren que es importante para su país.

- b. Voluntaria: Los países participantes pueden decidir la adopción de las normas ISO principalmente los relacionados con la salud, la seguridad o el medio ambiente. Sin embargo, las normas ISO pueden convertirse en una exigencia del mercado, como ha sucedido en el caso de ISO 9001.
- c. Impulsada por el mercado: El trabajo se realiza principalmente por expertos de los sectores industriales, técnicos y empresariales que han pedido las normas, para posteriormente ponerlas en uso.
- d. Consenso: Las normas ISO son el producto del consenso internacional entre los expertos en la materia. Las normas ISO están sujetas a revisión periódica al menos cada cinco años para decidir si deben mantenerse, modificarse o retirarse.
- e. Pertinentes a nivel mundial: Las normas ISO están diseñadas para ser relevantes y útiles en todas partes del mundo.

Actualmente existen más de 19,000 normas internacionales ISO así como diferentes documentos normativos, entre las que se encuentran las normas de actividades tradicionales, como agricultura, construcción, ingeniería mecánica, fabricación y distribución, transporte, dispositivos médicos, información y tecnologías de comunicación así como normas de buenas prácticas de gestión y de servicios.

Muchos de miembros activos de ISO también pertenecen a organizaciones regionales de normalización. ISO ha reconocido las organizaciones de normas regionales que representan a África, los países árabes, el área cubierta por la Comunidad de Estados Independientes, Europa, América Latina, la región del Pacífico, y las naciones del sudeste asiático. Los siguientes organismos regionales se comprometen a adoptar las normas ISO como normas nacionales.

- a. Organización Regional Africana de Normalización ( ARSO )
- b. Árabe de Desarrollo Industrial y la Minería ( AIDMO )
- c. Comité Europeo de Normalización ( CEN )
- d. Comisión Panamericana de Normas ( COPANT )
- e. Euro Asia del Consejo de Normalización, Metrología y Certificación ( EASC )
- f. Zona del Pacífico Congreso de Normalización ( PASC )
- g. ASEAN Comité Consultivo de Normalización y Calidad ( ACCSQ )

### 1.3.2 EURACHEM <sup>(8)</sup>

EURACHEM es una red de organizaciones en la comunidad Europea, la cual se fundó en el año de 1989. Desde sus inicios EURACHEM proporciona un enfoque en química analítica y en temas relacionados con la calidad, su objetivo primordial es establecer un sistema de trazabilidad internacional de las mediciones químicas y la promoción de Buenas Prácticas de Calidad.

Los miembros de EURACHEM están integrados por los países de la Unión Europea (UE) y la Asociación Europea Libre (AELC), la Comisión Europea y los países europeos reconocidos como países candidatos por la UE y la AELC.

Otros países y organizaciones con interés en la calidad de las mediciones químicas pueden participar en EURACHEM como miembros asociados u observadores.

EURACHEM actualmente tiene los siguientes grupos de trabajo activos:

- a. Educación y Formación
- b. Incertidumbre de la medición y trazabilidad
- c. Ensayos de Aptitud
- d. Pruebas de aptitud para acreditación
- e. Análisis cualitativo
- f. Incertidumbre en el muestreo

Dentro de las publicaciones de EURACHEM destacan las siguientes:

**Guías:** Proporcionan información técnica sobre un tema e incluyen definiciones de términos y conceptos, consejos prácticos para el logro de los objetivos de calidad, así como información técnica detallada, métodos de análisis e información sobre incertidumbres típicas. Estas guías están normalmente dirigidas al personal del laboratorio responsable de la calidad. Las guías de EURACHEM pueden emplearse por las agencias de acreditación como documentos de referencia.

**Folleto de información:** Son documentos cortos, utilizados para informar a un público más amplio. Por ejemplo, para informar a los clientes del laboratorio, así como personal de laboratorio y los profesionales de control de calidad.

Las guías y folletos de información son desarrollados por los diferentes grupos de trabajo, en colaboración con otras organizaciones. Los folletos suelen ser aprobados por el ejecutivo mientras que las guías son aprobadas por los miembros del grupo de trabajo pertinente.

Todas las publicaciones están disponibles en el sitio web de forma gratuita y sus miembros tienen autorización para traducirlas a su propio idioma.

#### 1.4 El IMNC y el desarrollo de normas <sup>(13)</sup>

Como se mencionó anteriormente el Instituto Mexicano de Normalización y Certificación es un Organismo Nacional de Normalización registrado y reconocido por el gobierno mexicano, a través de la Secretaría de Economía mediante de la Dirección General de Normas (DGN), en los términos que establece la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

Las normas del IMNC se desarrollan de acuerdo con los siguientes principios:

- I. Consenso: Las opiniones de todos los interesados se toman en cuenta, siendo estos los productores, distribuidores, comercializadores, prestadores de servicio, consumidores, instituciones de educación superior y científica, colegios de profesionales, gobierno y sectores de interés general.
- II. Industria: Soluciones generales para satisfacer a la industria y a los consumidores.
- III. Voluntad: La normalización es un mercado conducido y por la tanto se basa en la participación voluntaria de todos los interesados en el mercado.

##### 1.4.1 Procesos y procedimientos

Esta sección contiene información sobre el proceso de desarrollo de normas y procedimientos relacionados. También proporciona información relacionada con la redacción de normas.

Existen tres fases en el proceso de desarrollo de una norma:

1. Por lo general la necesidad de una norma es expresada por un sector interesado, que comunica esta necesidad al departamento de normalización del IMNC ó un comité técnico del IMNC. Éste propone el nuevo tema de trabajo para el IMNC. Una vez que la necesidad de una norma ha sido reconocida formalmente, la primera fase implica la definición del alcance técnico de la futura norma. Esta fase por lo general es realizada en los grupos de trabajo interesados en el tema.
2. Una vez que el acuerdo sobre los aspectos técnicos de las normas ha sido alcanzado, inicia la segunda fase, durante la cual los integrantes del IMNC/CTNN correspondiente acuerdan las especificaciones detalladas dentro de la norma. Ésta es la fase en que se construye un acuerdo general.
3. La fase final comprende la aprobación formal del resultado de la revisión de los comentarios del proyecto de norma, bajo consenso.

Las normas requieren de una revisión periódica ya que puede existir mejoras o adecuaciones debidas a evolución tecnológica, nuevos métodos y materiales, nueva calidad y exigencias de seguridad. El IMNC ha establecido como regla general que todas las normas deben revisarse en intervalos de tiempo de no más de cinco años. Hasta la fecha, el trabajo del IMNC ha resultado en más de 200 normas.

#### 1.4.2 Etapas del desarrollo de normas

Una norma es el resultado de un acuerdo entre los integrantes de IMNC/CTNN. Las normas son desarrolladas por los comités técnicos (IMNC/CTNN), subcomités (SC) del IMNC y grupos de trabajo GT, por un proceso de seis pasos:

##### Etapa 0: Etapa preliminar

El sector interesado propone el desarrollo de una norma utilizando el formulario 4 del IMNC, el cual es revisado por el secretario del comité técnico correspondiente o por el departamento de normalización del IMNC.

##### Etapa 1: Etapa de propuesta

El primer paso en el desarrollo de una norma es confirmar que una norma particular es necesaria. La propuesta de un nuevo tema de trabajo (NTT) es sometida a votación por los integrantes del comité técnico para decidir su inclusión como nuevo tema de trabajo en el programa de trabajo del comité técnico y en el Programa Nacional de Normalización.

La propuesta se acepta si una mayoría de los integrantes del comité técnico vota a favor y si al menos cinco integrantes declaran su compromiso de participar activamente en el proyecto.

##### Etapa 2: Etapa preparatoria

Por lo general, un grupo de trabajo, delegados y coordinador, se establecen por el comité técnico para la preparación de un borrador de trabajo. Los borradores de trabajo sucesivos pueden ser considerados hasta que el grupo de trabajo esté satisfecho y se ha desarrollado la mejor solución técnica con el problema tratado. En este punto el borrador pasa a título de anteproyecto de norma.

##### Etapa 3: Etapa de Comité

En cuanto el anteproyecto está disponible, es registrado por el departamento de normalización del IMNC. Se distribuye para comentarios y, de ser requerido, para votación, por los integrantes del comité técnico. Los anteproyectos sucesivos pueden ser considerados hasta que el consenso general sea alcanzado sobre el contenido técnico. Una vez que el consenso general se logra, el texto finaliza para la presentación como una propuesta de un proyecto de norma (PROY-NMX).

#### Etapa 4: Etapa de encuesta

Es aprobado por el comité técnico del IMNC/CTNN para que se publique el aviso de encuesta pública en el Diario Oficial de la Federación por periodo de 60 días naturales, para que el público en general pueda opinar sobre el contenido del proyecto y envíe sus comentarios en la plantilla F13B IMNC.

#### Etapa 5: Etapa de aprobación.

El proyecto final de norma (PYF) ya tiene integrado los comentarios que se recibieron durante el periodo de encuesta pública, los cuales se revisaron y fueron aceptados, para que se circule a los integrantes del IMNC/CTNN, SC ó GT correspondiente. El texto se aprueba como una norma para que sea aprobado en reunión de asamblea del IMNC/CTNN correspondiente.

#### Etapa 6: Etapa de Publicación

El departamento de normalización del IMNC edita el documento para darle la presentación de norma y presentarla en la reunión de asamblea del IMNC/CTNN correspondiente para su aprobación como norma y enviar la solicitud de publicación de la declaratoria de vigencia de la norma en el Diario Oficial de la Federación, entrando en vigor en al menos 60 días naturales como norma.

#### Etapa 7: Mantenimiento de las normas (Confirmación, Revisión, Cancelación)

Todas las normas se revisan al menos cinco años después de su publicación o cuando las condiciones del mercado requiera, para mantener actualizada la norma a las necesidades. Una mayoría de los integrantes del IMNC/CTNN, SC ó GT decide que si se debería confirmar, revisar o cancelar una norma.

#### 1.4.3 Redacción de normas

Las reglas para la redacción y estructuración de borrador de documentos que tienen la intención de convertirse en normas, especificaciones técnicas ó especificaciones públicamente disponibles se describen en las Directivas IMNC, Parte 2, Reglas para la redacción y estructuración de normas. También es factible, aplicar reglas a los documentos previstos para convertirlos en Guías o Informes Técnicos. Éstos tienen la intención de asegurar que tales documentos sean anteproyectos de una manera tan uniforme como practicable, independientemente del contenido técnico. También proporcionan los requisitos técnicos para la presentación de textos y gráficas, junto con las plantillas del IMNC y una variedad de plantillas para advertencia de textos.

- a. Directivas IMNC. Parte 2. Reglas para la redacción y estructura de normas (1ª Edición)
- b. Referencias normativas citadas en las directivas IMNC
- c. Directrices para la preparación y presentación de textos
- d. Directrices para la preparación y presentación de gráficas

e. Plantillas IMNC

1.4.4 Sectores interesados

Las partes interesadas en normalización comprenden a todos aquellos grupos que tienen un interés en la normalización y son afectadas por ella, por lo que desean contribuir en el proceso de desarrollo de normas. Las partes interesadas participan en el trabajo técnico del IMNC nombrado personal técnico con experiencia para representar y contribuir en el desarrollo de las normas, al personal designado se le denomina delegado, ellos se organizan por estados de la República Mexicana de manera que se constituyen grupos de normalización. Entre los siguientes grupos de partes interesadas se distinguen:

- I. Industria y asociaciones de comercio (Productores, distribuidores, comercializadores, prestadores de servicios)

Este grupo comprende a fabricantes de todos los sectores de industria, sociedades mercantiles, minoristas, importadores y exportadores, comercializadores, prestadores de servicios y cualquier asociación por la cual estas partes interesadas puedan ser representadas. Este grupo también incluye a las asociaciones de industria que representan a pequeñas y medianas empresas.

- II. Ciencia y academia (Instituciones de educación superior y científica.

Comprende a investigadores de universidades y otros tipos de instituciones de investigación, personal de laboratorio, colegios de profesionales, etc.

- III. Consumidores y asociaciones de consumidores

Los consumidores normalmente se organizan dentro de asociaciones para el consumidor al nivel local, estatal ó nacional.

- IV. Gobiernos y reguladores

Gobiernos locales, estatales, federales y reguladores a nivel nacional son otro grupo importante de partes interesadas que proporcionan la relación entre los aspectos legales y técnicos que influyen en el desarrollo de normas.

- V. Intereses sociales y otros (Colegios de profesionales, sectores de interés general)

Existen intereses adicionales dirigidos a asuntos legales, ambientales, sectores de interés general y otros que a menudo son representados por organizaciones no gubernamentales (NGOs)

#### 1.4.5 Comités Técnicos de Normalización Nacional

La información básica proporcionada para cada Comité Técnico de Normalización Nacional (IMNC/CT), enlistado en orden numérico, con Subcomités (SC) y Grupos de Trabajo (GT). La lista comienza con el Comité Técnico de Normalización Nacional de Sistemas de Calidad establecido en 1987, como CCONNSISCAL, posteriormente cambia de nombre a COTENNSISCAL y en el año de 2005 se constituye como el IMNC/CTNN 9. Los comités técnicos del IMNC asignan un número por orden de acuerdo a su establecimiento. Cuando un Comité Técnico se disuelve su número no es asignado a otro Comité Técnico.



## Capítulo 2. Planteamiento del problema, objetivos e hipótesis.

### 2.1 Planteamiento del problema

La Universidad Nacional Autónoma de México es una de las principales fuentes de investigación científica, la cual destaca en el área de las ciencias exactas y naturales. Los laboratorios científicos en los cuales se desarrolla investigación ejercen un papel muy importante en la producción de nuevo conocimiento, el trabajo que desarrollan estos laboratorios se ve reflejado en la publicación de artículos científicos, artículos de divulgación científica, patentes, presentaciones en congresos nacionales e internacionales, entre otros.

Con base en el último Informe general del estado de la ciencia y tecnología presentado por CONACYT la UNAM publicó 41,719 artículos científicos en el periodo 2005 a 2008, lo cual refleja el trabajo efectuado por los laboratorios de la universidad. Entre dichos laboratorios destaca la participación de laboratorios que desarrollan investigación y desarrollo en química analítica e instrumental, entre los que se encuentra la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación (USAI).

Actualmente, la implementación de sistemas de calidad basados en normas mexicanas y/o internacionales, permite garantizar la calidad de los resultados generados por los laboratorios. Hasta el momento, no existe un documento (norma mexicana), que pueda ser utilizado para la acreditación de laboratorios que desarrollan investigación y desarrollo.

Por lo que tenemos las siguientes preguntas de investigación a resolver:

1. ¿Qué criterios deben ser utilizados para acreditar un laboratorio que realiza investigación y desarrollo en química analítica e instrumental?
2. ¿Cómo aplicar los criterios propuestos para la acreditación de un laboratorio que efectúa investigación y desarrollo en el área de química analítica e instrumental?

Con base en las preguntas planteadas, el presente trabajo pretende, generar una propuesta que integre criterios y lineamientos mínimos para obtener la acreditación de laboratorios que realizan actividades de investigación y desarrollo en el área de química analítica e instrumental, además de fungir como ejemplo de la implementación del sistema de calidad en el laboratorio de Análisis Elemental de la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación (USAI).

## 2.2 Objetivo general

1. Proponer un documento basado en los lineamientos establecidos en “*Quality Assurance for Research and development and Non-routine Analysis*” publicado por EURACHEM/CITAC y la norma mexicana NOM-17025-IMNC-2006 “*Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*” para acreditar laboratorios que realizan investigación y desarrollo en el área de química analítica e instrumental.

Los objetivos particulares son:

- 2.2.1 Generar un manual de calidad usando el documento propuesto, para la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación USAI.
- 2.2.2 Generar los protocolos para el área de análisis elemental: Estimación de la incertidumbre, validación de la técnica analítica y calificación de equipos.

## 2.3 Hipótesis

En la elaboración del presente trabajo se plantean las siguientes hipótesis:

- 2.3.1 Es posible integrar y proponer un documento con los requisitos y lineamientos mínimos que se deben aplicar, a laboratorios que realizan investigación y desarrollo en el área de química analítica e instrumental para obtener la acreditación.
- 2.3.2 La generación de un manual de calidad ayudara a evaluar si el documento es adecuado para su uso en un laboratorio que desarrolla investigación y desarrollo en química analítica e instrumental.

### **Capítulo 3. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios.**

A continuación se presenta la integración de lineamientos y requisitos con base en la guía “*Quality Assurance for Research and development and Non-routine Analysis*” segunda versión publicada por EURACHEM/CITAC y la norma mexicana NMX-EC-17025-IMNC-2006 “*Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*”. Dicho documento es la propuesta a norma mexicana.

Aclaración. La numeración de los subtítulos que se presentan a continuación se mantiene con respecto a la norma mexicana NMX-EC-17025-IMNC-2006.

#### 0 Introducción.

Esta norma mexicana contiene requisitos que los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinario tienen que cumplir si desean demostrar que operan bajo un sistema de calidad y que son técnicamente competentes para generar resultados técnicamente válidos.

Los organismos de acreditación que reconocen la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y aquellos laboratorios que realizan análisis no rutinarios, deben utilizar esta norma mexicana como base para su acreditación. La cláusula 4 establece los requisitos para una gestión sólida. El capítulo 5 establece los requisitos para la competencia técnica en el trabajo que desarrolla el laboratorio.

Esta guía es para ser usada por el equipo de análisis tanto en el ámbito académico como en el industrial, involucrados en la planeación, desarrollo y dirección de mediciones analíticas no rutinarias y asociadas a investigación y desarrollo de proyectos. Esta guía provee principios para las organizaciones tanto de acreditación como de certificación.

Existe mucha controversia entre como aplicar los lineamientos de ISO 25, ISO 9000, la norma EN 45001 y BPL a laboratorios de investigación y análisis no rutinario. Investigación y desarrollo es compatible con los criterios de ISO 9001. Sin embargo esta extensamente argumentado que el trabajo no rutinario no se ajusta fácilmente a un sistema de calidad altamente documentado y formalizado. Por esta razón esta guía esta dirigida a la integración de lineamientos y unificación de criterios en BPL, ISO 9000 e ISO 17025 en lugar de dar cumplimiento a estándares formales.

1 Objeto y campo de aplicación.

Esta norma mexicana especifica los requisitos generales en la realización de análisis analíticos en laboratorios de investigación y desarrollo así como en laboratorios que realizan pruebas de análisis no rutinarios, métodos existentes sin antecedentes en la aplicación en un cierto tipo muestra y/o matriz, cuando el problema analítico es totalmente nuevo pero pueden aplicarse diferentes métodos o técnicas analíticas conocidas, cuando el problema analítico es totalmente nuevo y no existen métodos o técnicas analíticas y por tal hay que desarrollarlos.

Esta norma es aplicable a todos los laboratorios de investigación, desarrollo así como en laboratorios que realizan pruebas de análisis no rutinarios, independientemente de la cantidad de empleados o de la extensión del alcance de las actividades de ensayo. Cuando un laboratorio no realiza una o varias actividades contempladas en esta norma, los requisitos de los apartados correspondientes no se aplican.

Si los laboratorios cumplen los requisitos de esta Norma, actuarán bajo un sistema de gestión de la calidad conforme a los requisitos de la Norma NMX-CC-9001-IMNC-2008 así como con los lineamientos establecidos por EURACHEM / CITAG en su documento "Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis" segunda edición. El anexo A proporciona referencias nominales cruzadas entre la Norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 y la guía de EURACHEM.

2 Referencias Normativas.

- 2.1 EURACHEM / CITAC. Quality Assurance for Research and development and Non-routine Analysis.
- 2.2 NMX-EC-17025-IMNC-2006. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- 2.3 NMX-EC-17000-IMNC, Evaluación de la conformidad-Vocabulario y principios generales
- 2.4 NMX-Z-055-IMNC. Metrológia-Vocabulario de términos fundamentales y generales.
- 2.5 NMX-GT-001-IMNC-2007, Sistema de gestión de la tecnología – Terminología.

3 Términos y definiciones.

- 3.1 Investigación: Es una búsqueda científica que tiene como objetivo descubrir y aplicar nuevos fenómenos, técnicas o leyes naturales. Indagación original y sistemática que

persigue generar nuevo conocimiento y una superior comprensión sobre una determinada materia.

- 3.2 Desarrollo: Es el trabajo efectuado para finalizar un proyecto o proceso de manufactura novedoso, con el objetivo de crear una solución práctica.
- 3.3 Desarrollo tecnológico: Resultado de la aplicación sistemática de conocimientos científicos, tecnológicos y/o de índole práctico, que lleva a la generación de prototipos o a una mejora sustantiva a bienes existentes, independientemente de su implementación o comercialización inmediata.
- 3.4 Transferencia de tecnología: Proceso mediante el cual se negocia la cesión o licenciamiento de los derechos sobre el capital intelectual.
- 3.5 Capital Intelectual: Bienes intangibles, producto del intelecto humano, que constituyen la suma y sinergia de todos los conocimientos de una organización que generan o tienen el potencial de generar valor.
- 3.6 Innovación tecnológica: Proceso que conjuga una oportunidad de mercado con una necesidad y/o una invención tecnológica que tiene como objetivo la producción, comercialización y explotación de un nuevo proceso, producto, actividad comercial, modelo de negocio, modelo de logística o servicio al cliente.
- 3.7 Invención tecnológica: Generación de un conocimiento original desarrollado por un inventor, un centro de investigación o una empresa susceptible de ser protegida intelectualmente que se incorpora en la empresa en cualquier fase de preproducción, para su posible producción, comercialización y explotación en el mercado.
- 3.8 Acreditación: Procedimiento por el cual una autoridad da reconocimiento formal a una persona u organismo sobre la competencia técnica para realizar pruebas específicas.
- 3.9 Certificación: Procedimiento por el cual una tercera parte da una evaluación por escrito de que un producto, proceso o servicio cumple requisitos específicos.
- 3.10 Contrato: Acuerdo realizado entre dos o más partes sobre términos en específico. Típicamente cuando se aplica a trabajo analítico este se refiere a un acuerdo entre un laboratorio para realizar trabajo para un cliente, otras condiciones pueden incluir el precio así como el tiempo de entrega.
- 3.11 Cliente: El comprador de productos y/o servicios.

- 3.12 Proyecto: Investigación o estudio asignado, plan, esquema u oferta. En el contexto analítico, un proyecto se refiere al trabajo a realizar para resolver un problema e involucra una o mas pruebas.
- 3.13 Aseguramiento de Calidad: Todas las acciones planeadas e implementadas con el sistema de calidad y demostradas como necesidades para proveer adecuada confianza de que una organización satisface los requisitos de calidad.
- 3.14 Control de Calidad: Técnicas operacionales y actividades realizadas para satisfacer los requisitos de calidad.
- 3.15 Estudio. Examinar atenta y detalladamente un problema a resolver.
- 3.16 Sistema de Calidad. Es la estructura organizacional, procedimientos, procesos y recursos necesarios para la implementación de un Sistema de Gestión de Calidad.
- 3.17 Sistema. Conjunto de reglas, principios, procedimientos, ideas con las que un laboratorio realiza trabajo analítico y en este contexto no necesariamente constituye un sistema de calidad.
- 3.18 Prueba o Ensayo. Definición no formal. El uso de prueba en esta guía denota una pequeña parte del trabajo, varias pruebas constituyen un proyecto.
- 3.19 Validación. Es la evaluación objetiva de que se dio cumplimiento a un requisito particular
- 3.20 Verificación. Es la evaluación objetiva de que se dio cumplimiento a un requisito.

#### 4 Requisitos relativos a la gestión.

##### 4.1 Organización

- 4.1.1. El laboratorio u organización de la cual forma parte, debe ser una entidad con responsabilidad legal.
- 4.1.2. Es responsabilidad del laboratorio llevar a cabo sus actividades de desarrollo, investigación y pruebas analíticas de tal manera que se cumplan los requisitos de esta norma

mexicana y se satisfagan las necesidades del cliente, de las autoridades reguladoras u organizaciones que proporcionan el reconocimiento.

4.1.3. El sistema de gestión debe cubrir el trabajo realizado en las instalaciones permanentes del laboratorio, en sitios fuera de estas o en instalaciones temporales o móviles asociadas.

4.1.4. El laboratorio u organización debe definir las responsabilidades del personal clave que participa o influye en las actividades de desarrollo e investigación, o que participa en la realización de las pruebas, con el fin de identificar potenciales conflictos de intereses.

4.1.5. El laboratorio debe:

- a. Tener personal directivo y técnico adecuado para planear, controlar, entregar y reportar cada proyecto, independientemente de toda otra responsabilidad, la autoridad y los recursos necesarios para desempeñar sus tareas, incluida la implementación, el mantenimiento y la mejora del sistema de gestión, y para identificar la ocurrencia de desvíos del sistema de gestión o de los procedimientos de ensayo, e iniciar acciones destinadas a prevenir o minimizar dichos desvíos;
- b. Tomar medidas para asegurarse de que su dirección y su personal están libres de cualquier presión o influencia indebida, interna o externa, comercial, financiera o de otro tipo, que pueda perjudicar la calidad de su trabajo;
- c. Tener políticas y procedimientos para asegurar la protección de la información confidencial y los derechos de propiedad de sus clientes, incluidos los procedimientos para la protección del almacenamiento y la transmisión electrónica de los resultados;
- d. Tener políticas y procedimientos para evitar intervenir en cualquier actividad que pueda disminuir la confianza en su competencia, imparcialidad, juicio o integridad operativa;
- e. Definir la organización y la estructura de gestión del laboratorio, su ubicación dentro de una organización central, y las relaciones entre la gestión de la calidad, las operaciones técnicas y los servicios de apoyo;
- f. Especificar la responsabilidad, autoridad e interrelación de todo el personal que dirige, realiza o verifica el trabajo que afecta a la calidad de los ensayos, Las responsabilidades del personal deben estar claras. Debe desarrollarse una cadena de mando hasta donde sea posible;
- g. Proveer adecuada supervisión al personal encargado de los ensayos, incluidos los que están en formación, por personas familiarizadas con los métodos y procedimientos, el

objetivo de cada ensayo o calibración y con la evaluación de los resultados de los ensayos o de las calibraciones;

- h. Tener una dirección técnica con la responsabilidad total por las operaciones técnicas y la provisión de los recursos necesarios para asegurar la calidad requerida de las operaciones del laboratorio;
- i. Nombrar un miembro del personal como responsable de la calidad quien, independientemente de otras obligaciones y responsabilidades, debe tener definida la responsabilidad y la autoridad para asegurarse de que el sistema de gestión de la calidad será implementado y respetado en todo momento; el responsable de la calidad debe tener acceso directo al más alto nivel directivo en el cual se toman decisiones sobre la política y los recursos del laboratorio;
- j. Nombrar sustitutos para el personal directivo clave;
- k. Asegurarse de que su personal es consciente de la pertinencia e importancia de sus actividades y de la manera en que contribuyen al logro de los objetivos del sistema de gestión.

4.1.6. La alta dirección debe asegurarse de que se establecen los procesos de comunicación apropiados dentro del laboratorio y de que la comunicación se efectúa considerando la eficacia del sistema de gestión.

## 4.2 Sistema de gestión

4.2.1 La dirección de calidad en un laboratorio de investigación y desarrollo puede ser un problema delicado por tal debe construirse un balance entre el nivel y control de calidad y así evitar disminuir la creatividad para la resolución de problemas del laboratorio. El laboratorio debe establecer, implementar y mantener un sistema de gestión apropiado. El laboratorio debe documentar sus políticas, sistemas, programas, procedimientos e instrucciones tanto como sea necesario para asegurar la calidad de los resultados de los ensayos. La documentación del sistema debe ser comunicada al personal pertinente.

4.2.2 Cuando un laboratorio este realizando varios proyectos simultáneamente la alta dirección dispondrá las facilidades adecuadas. La dirección debe estar enterada de los diferentes procesos que se realizan en el laboratorio, los riesgos y la manera en que uno afecta el otro. Igualmente donde exista una extensión del proyecto, ya sea en diferentes departamentos dentro del laboratorio o diferentes laboratorios, es necesario una adecuada coordinación para asegurar coherencia en la entrega del trabajo sin ningún efecto adverso que pueda afectar la calidad y la interpretación de los resultados.



- 4.2.3 Las políticas del sistema de gestión del laboratorio concernientes a la calidad, incluida una declaración de la política de la calidad, deben estar definidas en un manual de la calidad. Los objetivos generales deben ser establecidos y analizados durante la revisión por la dirección. La declaración de la política de la calidad debe ser emitida bajo la autoridad de la alta dirección. Se debe incluir lo siguiente:
- a. Compromiso de la dirección del laboratorio con la buena práctica profesional y con la calidad de sus ensayos durante el servicio a sus clientes;
  - b. Una declaración de la dirección con respecto al tipo de servicio ofrecido por el laboratorio;
  - c. Propósito del sistema de gestión concerniente a la calidad;
  - d. Un requisito de que todo el personal relacionado con las actividades de ensayo dentro del laboratorio se familiarice con la documentación de la calidad e implemente las políticas y los procedimientos en su trabajo;
  - e. Compromiso de la dirección del laboratorio de cumplir esta Norma y mejorar continuamente la eficacia del sistema de gestión.
- 4.2.4 La alta dirección debe proporcionar evidencias del compromiso con el desarrollo y la implementación del sistema de gestión y mejorar continuamente su eficacia.
- 4.2.5 La alta dirección debe comunicar a la organización la importancia de satisfacer tanto los requisitos del cliente como los legales y reglamentarios.
- 4.2.6 El manual de la calidad debe contener o hacer referencia a los procedimientos de apoyo, incluidos los procedimientos técnicos. Debe describir la estructura de la documentación utilizada en el sistema de gestión.
- 4.2.7 En el manual de la calidad deben estar definidas las funciones y responsabilidades de la dirección técnica y del responsable de la calidad, incluida su responsabilidad para asegurar el cumplimiento de esta Norma.
- 4.2.8 La alta dirección debe asegurarse de que se mantiene la integridad del sistema de gestión cuando se planifican e implementan cambios en éste.

### 4.3 Control de la documentación

#### Generalidades

4.3.1 El laboratorio debe establecer y mantener procedimientos para el control de todos los documentos que forman parte de su sistema de gestión (generados internamente o de fuentes externas), tales como la reglamentación, las normas y otros documentos normativos, los métodos de ensayo, así como los dibujos, el software, las especificaciones, las instrucciones y los manuales.

Dentro del control documental se puede considerar:

- a. Uso de varios medios de almacenamiento
- b. Consideraciones externas (como requisitos en los registros para patentar)
- c. Uso de formatos
- d. Legibilidad, claridad, corrección de información y facilidad de extracción de datos.
- e. Rastreabilidad de los registros, fechas, analista, muestras, equipos y proyectos
- f. Pruebas de auditorías
- g. Autorización de registros por medio de uso de firmas u otros medios
- h. Restricciones de copiado
- i. Reglas para la corrección y autorización en la corrección de registros
- j. Reglas para retención de datos, reportes u otra información útil

4.3.2 Aprobación y emisión de los documentos.

4.3.2.1 Todos los documentos distribuidos entre el personal del laboratorio como parte del sistema de gestión deben ser revisados y aprobados, para su uso, por el personal autorizado antes de su emisión. Se debe establecer una lista maestra o un procedimiento equivalente de control de la documentación, identificando el estado de revisión vigente y la distribución de los documentos del sistema de gestión, la cual debe ser fácilmente accesible con el fin de evitar el uso de documentos no válidos u obsoletos.

4.3.2.2 Los procedimientos adoptados deben asegurar que:

- a. Las ediciones autorizadas de los documentos pertinentes estén disponibles en

todos los sitios en los que se llevan a cabo operaciones esenciales para el funcionamiento eficaz del laboratorio;

- b. Los documentos sean examinados periódicamente y, cuando sea necesario, modificados para asegurar la adecuación y el cumplimiento continuos con los requisitos aplicables;
- c. Los documentos no válidos u obsoletos serán retirados inmediatamente de todos los puntos de emisión o uso, o sean protegidos, de alguna otra forma, de su uso involuntario;
- d. Los documentos obsoletos, retenidos por motivos legales o de preservación del conocimiento, sean adecuadamente marcados.

4.3.2.3 Los documentos del sistema de gestión generados por el laboratorio deben ser identificados con una clave específica e única. Dicha identificación debe incluir la fecha de emisión o una identificación de la revisión, la numeración de las páginas, el número total de páginas o una marca que indique el final del documento, y la o las personas autorizadas a emitirlos.

#### 4.3.3 Cambios a los documentos

4.3.3.1 Cuando se requiera cambios en los documentos por el personal, se debe de identificar el documento y calendarizar para su modificación. Los subsecuentes cambios deben ser confirmados.

4.3.3.2 Los cambios a los documentos deben ser revisados y aprobados de preferencia por la misma función que realizó la revisión original, a menos que se designe específicamente a otra función. El personal designado debe tener acceso a los antecedentes pertinentes sobre los que basará su revisión y su aprobación.

4.3.3.3 Se debe identificar el texto modificado o nuevo en el documento.

4.3.3.4 Si el sistema de control de los documentos del laboratorio permite modificar los documentos a mano, hasta que se edite una nueva versión, se deben definir los procedimientos y las personas autorizadas para realizar tales modificaciones. Las modificaciones deben estar claramente identificadas, firmadas y fechadas. Un documento revisado debe ser editado nuevamente tan pronto como sea posible.

4.3.3.5 Se deben establecer procedimientos para describir cómo se realizan y controlan las modificaciones de los documentos conservados en los sistemas informáticos.

#### 4.4 Revisión de los pedidos y contratos

4.4.1 El laboratorio debe establecer y mantener procedimientos para la revisión de los pedidos y los contratos. Las políticas y los procedimientos para estas revisiones, que den por resultado un contrato para la realización de un ensayo, deben asegurar que:

- a. Los requisitos, incluidos los métodos a utilizar, están adecuadamente definidos, documentados y entendidos;
- b. El laboratorio tiene la capacidad y los recursos para cumplir con los requisitos;
- c. Se selecciona el método de ensayo apropiado, que sea capaz de satisfacer los requisitos de los clientes.
- d. Cualquier diferencia entre el pedido u oferta y el contrato debe ser resuelta entre el laboratorio y el cliente.
- e. Cada contrato debe ser aceptable tanto para el laboratorio como para el cliente.

4.4.2 Se deben conservar los registros de las revisiones, incluidas todas las modificaciones significativas. También se deben conservar los registros de las conversaciones mantenidas con los clientes relacionadas con sus requisitos o con los resultados del trabajo realizado durante el período de ejecución del contrato.

4.4.3 La revisión también debe incluir cualquier trabajo que el laboratorio subcontrate.

4.4.4 Se debe informar al cliente de cualquier desviación con respecto al contrato.

4.4.5 Si un contrato necesita ser modificado después de haber comenzado el trabajo, se debe repetir el mismo proceso de revisión de contrato y se debe comunicar los cambios a todo el personal involucrado.

#### 4.5 Subcontratación de ensayos.

4.5.1 Cuando un laboratorio subcontrate un trabajo, se debe autorizar este trabajo a un subcontratista competente. Un subcontratista competente es el que, cumple esta Norma.

4.5.2 El laboratorio debe advertir al cliente, por escrito, sobre el acuerdo y obtener la aprobación del cliente por escrito.

- 4.5.3 El laboratorio es responsable frente al cliente del trabajo realizado por el subcontratista, excepto en el caso que el cliente o una autoridad reglamentaria especifique el subcontratista a utilizar.
  - 4.5.4 El laboratorio debe mantener un registro de todos los subcontratistas que utiliza para los ensayos y un registro de la evidencia del cumplimiento con esta Norma para el trabajo en cuestión.
- 4.6 Contratación de servicios y adquisición de suministros
- 4.6.1 El laboratorio debe tener una política y procedimientos para la selección y contratación de servicios así como para la adquisición de suministros que afectan a la calidad de los ensayos. Deben existir procedimientos para la compra, la recepción y el almacenamiento de los reactivos y materiales consumibles de laboratorio que se necesiten para los ensayos.
  - 4.6.2 El laboratorio debe asegurarse de que los suministros, los reactivos y los materiales consumibles comprados, que afectan a la calidad de los ensayos, no sean utilizados hasta que no hayan sido inspeccionados, o verificados de alguna forma, que cumplen las especificaciones o los requisitos definidos en los métodos relativos a los ensayos concernientes. Se deben mantener registros de las acciones tomadas para verificar el cumplimiento.
  - 4.6.3 Los documentos de compra de los elementos que afectan la calidad de las prestaciones del laboratorio deben contener datos que describan los servicios y suministros solicitados. Estos documentos de compra deben ser revisados y aprobados en cuanto a su contenido técnico antes de ser liberados.
  - 4.6.4 El laboratorio debe evaluar a los proveedores de los productos consumibles, suministros y servicios críticos que afectan la calidad de los ensayos, y debe mantener los registros de dichas evaluaciones y establecer una lista de aquellos que hayan sido aprobados.
- 4.7 Servicio al cliente
- 4.7.1 El laboratorio debe estar dispuesto a cooperar con los clientes o sus representantes para aclarar la solicitud del cliente y para realizar el seguimiento del desempeño del laboratorio en relación con el trabajo realizado, siempre que el laboratorio garantice la confidencialidad hacia otros clientes.

4.7.2 El laboratorio debe obtener información de retorno, tanto positiva como negativa, de sus clientes. La información de retorno debe utilizarse y analizarse para mejorar el sistema de gestión, las actividades de ensayo y el servicio al cliente.

#### 4.8 Quejas

4.8.1 El laboratorio debe tener una política y un procedimiento para la resolución de las quejas recibidas de los clientes o de otras partes. Se deben mantener los registros de todas las quejas así como de las investigaciones y de las acciones correctivas llevadas a cabo por el laboratorio.

#### 4.9 Control de trabajos de ensayos no conformes

4.9.1 El laboratorio debe tener una política y procedimientos para aplicarse en cualquier aspecto de su trabajo de ensayo o el resultado de dichos trabajos, no son conformes con sus propios procedimientos o con los requisitos acordados con el cliente. La política y los procedimientos deben asegurar que:

- a. Cuando se identifique trabajo no conforme, se asignen la responsabilidad y autoridad para la gestión del trabajo no conforme, se definan y tomen acciones (incluida la detención del trabajo y la retención de los informes de ensayo, según sea necesario);
- b. Se evalúe la importancia del trabajo no conforme;
- c. Se realice la corrección inmediatamente y se tome una decisión respecto de la aceptabilidad de los trabajos no conformes;
- d. Si fuera necesario, se notifique al cliente y se anule el trabajo;
- e. Se defina la responsabilidad para autorizar la reanudación del trabajo.

4.9.2 Cuando la evaluación indique que el trabajo no conforme podría volver a ocurrir o existan dudas sobre el cumplimiento de las operaciones del laboratorio con sus propias políticas y procedimientos, se deben seguir rápidamente los procedimientos de acciones correctivas indicados en el apartado de acciones correctivas.

#### 4.10 Mejora

4.10.1 El laboratorio debe mejorar continuamente la eficacia de su sistema de gestión mediante el uso de la política de la calidad, los objetivos de la calidad, los resultados de las auditorías, el análisis de los datos, las acciones correctivas y preventivas y la revisión por la dirección.

#### 4.11 Acciones correctivas

##### Generalidades

4.11.1 El laboratorio debe establecer una política y un procedimiento para la implementación de acciones correctivas, cuando se haya identificado un trabajo no conforme o desvíos de las políticas y procedimientos del sistema de gestión o de las operaciones técnicas, y debe designar personas apropiadamente autorizadas para implementarlas.

4.11.2 Análisis de las causas. El procedimiento de acciones correctivas debe iniciar con una investigación para determinar la o las causas raíz del problema.

4.11.3 Selección e implementación de las acciones correctivas. Cuando se necesite una acción correctiva, el laboratorio debe identificar las acciones correctivas posibles. Debe seleccionar e implementar la o las acciones con mayor posibilidad de eliminar el problema y prevenir su repetición. Las acciones correctivas deben corresponder a la magnitud del problema y sus riesgos. El laboratorio debe, documentar e implementar cualquier cambio necesario que resulte de las investigaciones de las acciones correctivas.

4.11.4 Seguimiento de las acciones correctivas. El laboratorio debe, realizar el seguimiento de los resultados para asegurarse de la eficacia de las acciones correctivas implementadas.

4.11.5 Auditorías adicionales. Cuando la identificación de no conformidades o desvíos ponga en duda el cumplimiento de las políticas y procedimientos, o el cumplimiento con esta Norma, el laboratorio debe asegurarse de que los correspondientes sectores sean auditados.

#### 4.12 Acciones preventivas.

- 4.12.1 Se deben identificar las mejoras necesarias y las potenciales fuentes de no conformidades. Cuando se identifiquen oportunidades de mejora o si se requiere una acción preventiva, se deben desarrollar, implementar y realizar el seguimiento de planes de acción, a fin de reducir la probabilidad de ocurrencia de dichas no conformidades y aprovechar las oportunidades de mejora.
- 4.12.2 Los procedimientos para las acciones preventivas deben incluir la iniciación de dichas acciones y la aplicación de controles para asegurar que sean eficaces.

#### 4.13 Control de los registros

##### 4.13.1 Generalidades

- 4.13.1.1 El laboratorio debe establecer y mantener procedimientos para la identificación, recopilación, codificación, acceso, archivo, almacenamiento, mantenimiento y disposición de los registros de calidad y registros técnicos. Los registros de calidad deben incluir los informes de las auditorías internas y de las revisiones por la dirección, así como los registros de las acciones correctivas y preventivas.
- 4.13.1.2 Todos los registros deben ser legibles, se deben almacenar y conservar de modo que sean fácilmente recuperables en instalaciones que les provean un ambiente adecuado para prevenir los daños, el deterioro y las pérdidas. Se debe establecer el tiempo de retención de los registros.
- 4.13.1.3 Todos los registros deben ser conservados en un sitio seguro y bajo confidencialidad.
- 4.13.1.4 El laboratorio debe tener procedimientos para proteger y salvaguardar los registros almacenados electrónicamente y para prevenir el acceso no autorizado o la modificación de dichos registros. Donde el archivo se efectuó en medios electrónicos, debe existir un respaldo, el cual debe ser almacenado en un área no inflamable.

##### 4.13.2 Registros técnicos

- 4.13.2.1 El laboratorio debe conservar, por un período determinado, los registros de las observaciones originales, los datos derivados y la información para establecer un protocolo de control, los registros de calibración, los registros del personal y una copia



de cada informe de ensayo. La retención de los registros debe ser consistente con los requisitos del cliente así como con los requerimientos legales. Los registros correspondientes a cada ensayo deben contener suficiente información para facilitar, cuando sea posible, la identificación de los factores que afectan a la incertidumbre y posibilitar que el ensayo sea repetido bajo condiciones lo más cercanas posible a las originales. Los registros deben incluir la identidad del personal responsable del muestreo, de la realización de cada ensayo y de la verificación de los resultados.

4.13.2.2 Las observaciones, los datos y los cálculos se deben registrar en el momento de hacerlos y deben poder ser rastreables con la operación en cuestión.

4.13.2.3 Cuando ocurran errores en los registros, cada error debe ser tachado, no debe ser borrado, hecho ilegible ni eliminado, el valor correcto debe ser escrito al margen. Todas las alteraciones a los registros deben ser firmadas o visadas por la persona que hace la corrección. En el caso de los registros guardados electrónicamente, se deben tomar medidas similares para evitar pérdida o cambio de los datos originales.

#### 4.14 Auditorías internas

4.14.1 El laboratorio debe efectuar periódicamente, de acuerdo con un calendario y un procedimiento predeterminados, auditorías internas de sus actividades para verificar que sus operaciones continúan cumpliendo con los requisitos del sistema de gestión y de esta Norma. El programa de auditoría interna debe considerar todos los elementos del sistema de gestión, incluidas las actividades de ensayo. Es el responsable de la calidad quien debe planificar y organizar las auditorías según lo establecido en el calendario y lo solicitado por la dirección. El aseguramiento interno de un laboratorio puede realizarse por personal interno si dicho personal cuenta con capacitación en auditorías. El personal puede involucrarse a cualquier nivel si es independiente del área a evaluar y debe de contar con suficiente experiencia técnica.

4.14.2 Cuando los hallazgos de las auditorías pongan en duda la eficacia de las operaciones o la validez de los resultados del laboratorio, éste debe tomar las acciones correctivas oportunas y, si las investigaciones revelaran que los resultados del laboratorio pueden haber sido afectados, debe notificarlo por escrito a los clientes.

4.14.3 Todas las áreas en las cuales las operaciones afectan la calidad se deben evaluar al menos una vez al año. Se debe examinar la adecuación de los procedimientos y si realmente se están siguiendo. Es aconsejable mantener registros de las acciones tomadas. En el caso de investigación y desarrollo es apropiado examinar los proyectos en su totalidad.

4.14.4 Se debe registrar el sector de actividad que ha sido auditado, los hallazgos de la auditoría y las acciones correctivas que resulten de ellos.

4.14.5 Las actividades de la auditoría de seguimiento debe verificar y registrar la implementación y eficacia de las acciones correctivas tomadas.

#### 4.15 Revisiones por la dirección

4.15.1 La alta dirección del laboratorio debe efectuar periódicamente, de acuerdo con un calendario y un procedimiento predeterminados, una revisión del sistema de gestión y de las actividades de ensayo del laboratorio, para asegurarse de que se mantiene adecuado y eficaz, así como para introducir los cambios o mejoras necesarios. La experiencia generada en el proyecto debe facilitar la planeación y realización de trabajo similar en el futuro La revisión debe tener en cuenta los elementos siguientes:

- a. Logros técnicos y diferencias entre metas y resultados, problemas encontrados durante el trabajo y como fueron solucionados.
- b. Presupuestos, costos y tiempos.
- c. Calidad del trabajo en contribuciones individuales.
- d. Consecuencias del proyecto y resultados para el laboratorio (organización, personal, equipo, métodos y procedimientos).
- e. Satisfacción del cliente.
- f. Adecuación de políticas y procedimientos;
- g. Informes del personal directivo y de supervisión;
- h. Resultados de las auditorías internas recientes;
- i. Acciones correctivas y preventivas;
- j. Evaluaciones por organismos externos;
- k. Resultados de las comparaciones interlaboratorios o de ensayos de aptitud;
- l. Todo cambio en el volumen y el tipo de trabajo efectuado;
- m. Retroalimentación de los clientes;
- n. Quejas;
- o. Recomendaciones para la mejora;
- p. Otros factores pertinentes, tales como las actividades del control de la calidad,

recursos y formación del personal.

- 4.15.2 Se deben registrar los hallazgos de las revisiones por la dirección y las acciones que surjan de ellos. La dirección debe asegurarse de que esas acciones sean realizadas dentro de un plazo apropiado y acordado.
- 4.15.3 La revisión de los logros puede ser realizada por una revisión externa, por ejemplo cuando los datos son publicados en una revista científica o por una tercera parte (Ej. Auditorias).
- 4.15.4 Cambio en la dirección. Cuando la revisión de progreso muestre que la investigación no es exitosa, se debe cambiar la táctica. Los cambios deben ser consultados con el cliente.

## 5 Requisitos técnicos

### 5.1 Generalidades

- 5.1.1 El presente capítulo recapitula los lineamientos técnicos para que un laboratorio que realiza investigación, desarrollo y análisis no rutinarios demuestre su competencia técnica. Los Laboratorios deben enfocarse en el cumplimiento de los siguientes seis principios básicos:
  - 5.1.1.1 Las mediciones analíticas deben satisfacer los requisitos acordados. En el análisis de rutina generalmente el problema está definido previo al trabajo de laboratorio. En Investigación y desarrollo, la definición del problema es parte del proyecto. Generalmente el cliente tiene una idea vaga de cuál es el problema y como el análisis químico puede solucionarlo, por lo que el cliente debe confiar en la experiencia y criterio del laboratorio para el diseño de un programa analítico adecuado.
  - 5.1.1.2 Las mediciones analíticas deben ser realizadas usando métodos y equipos que han sido probados y se ajustan al propósito. Cualquier tipo de medida debe realizarse en un equipo calibrado y con el debido mantenimiento, esto asegura la confianza en la medición. Es de extrema importancia que los métodos deben ser evaluados para las mediciones en las cuales están siendo usados.

- 5.1.1.3 El personal involucrado en las pruebas analíticas debe ser competente y estar calificado en la prueba a desarrollar. En el trabajo de investigación y desarrollo no siempre se puede garantizar que el personal es totalmente competente. Las necesidades pueden no ser totalmente apreciadas al comienzo del trabajo. Es posible que el analista no cuente con experiencia previa en el problema, pero este debe contar con los conocimientos mínimos involucrados en el trabajo.
- 5.1.1.4 El laboratorio debe de asegurar su independencia en el desarrollo técnico. Un control interno puede evaluar la consistencia de las mediciones dentro del laboratorio. El Aseguramiento independiente en la capacidad de medición del laboratorio puede ser otorgada por medio de la participación en pruebas de comparación entre laboratorios o mediante la medición de material de referencia. Sin embargo es bien reconocido que el aseguramiento externo puede ser limitado en laboratorios de investigación y desarrollo.
- 5.1.1.5 Las mediciones analíticas deben ser consistentes entre las realizadas en un área y las realizadas en otras áreas. El uso de materiales de referencia (cuando es posible) y el cálculo de incertidumbre de los métodos en uso pueden ayudar a la trazabilidad y la comparación con otros laboratorios que realizan las mismas pruebas.
- 5.1.1.6 Las organizaciones que realizan mediciones analíticas deben tener procedimientos bien definidos para el control y aseguramiento de la calidad. Se debe asegurar que todas las mediciones realizadas están dentro de un sistema de calidad y asegurar transparencia y consistencia. Si es posible una auditoría externa es deseable para verificar el sistema de calidad.
- 5.1.2 A parte de los principios básicos existen otros factores que determinan la exactitud y la confiabilidad de los ensayos realizados por un laboratorio. Estos elementos incluyen:
- a. Diseño del proyecto y plan de investigación;
  - b. Factores humanos;
  - c. Instalaciones y condiciones ambientales;
  - d. Métodos de ensayo, calibración y validación;
  - e. Equipos;
  - f. Trazabilidad de las mediciones;
  - g. Muestreo;
  - h. Manipulación de los ítems de ensayo y de calibración.

5.1.3 El laboratorio debe tener en cuenta estos factores al desarrollar los métodos y procedimientos de ensayo, en la formación y calificación del personal, así como en la selección y calibración de los equipos utilizados.

5.2 Pruebas Analíticas, diseño del proyecto y plan de investigación.

5.2.1 Definición de las pruebas y diseño del proyecto.

5.2.1.1 Esta parte es crítica en investigación y desarrollo pues se debe asegurar que los métodos existen y están validados. La estructura del proyecto no debe limitar la creatividad al resolver el problema. Las actividades deben incluir: objetivos y metas, recursos y costos, financiamiento y comunicación con el cliente.

5.2.1.2 Deben estar claramente definidos los siguientes puntos en cada área involucrada en la investigación o desarrollo:

- a. Naturaleza del problema a resolver
- b. Objetivos, propósito de los resultados e intención de la información generada
- c. Tipo de producto-materia-matriz a ser analizada y mecanismos de seguridad
- d. Procedimientos de muestreo
- e. Metodología
- f. Exactitud requerida
- g. Validación (MRC, estándares de calibración)
- h. Recursos (personal e instrumentación)
- i. Acuerdos de subcontratación de laboratorios
- j. Criterios de aceptación y rechazo
- k. Costos permitidos
- l. Referencias y revisiones en la bibliografía sobre la ejecución de las pruebas
- m. Acuerdo de confidencialidad.
- n. Requisitos de almacenamiento
- o. Propiedad intelectual
- p. Posible estrategia

5.2.1.3 Donde se tenga una cantidad limitada de muestra es crítico definir una estrategia previa al trabajo. El uso de pruebas no destructivas puede considerarse en este caso.

#### 5.2.2 Diseño del proyecto y plan de investigación.

5.2.2.1 Una vez que la definición de la prueba esta completa, el diseño de un plan puede ser elaborado. La dirección del laboratorio debe involucrar al cliente, el personal del laboratorio debe conocer los requisitos del cliente. El proyecto debe ser estructurado por una secuencia lógica de pruebas, donde existan puntos de decisión sobre el transcurso del trabajo. Por el contrario los problemas técnicos tienen que ser resueltos antes de empezar el trabajo. Donde existan operaciones muy complejas el uso de un diagrama de flujo puede ayudar a clarificar el problema.

5.2.2.2 Aún si un laboratorio no cuenta con un sistema de calidad totalmente documentado, se debe disponer un plan de trabajo adecuado. Por ejemplo el contestar las siguientes preguntas sobre el ensayo ayuda en la planeación.

- a. ¿Esta clara y entendida la prueba analítica?
- b. ¿Existe algún plan analítico o un diseño del experimento?
- c. ¿Es suficientemente competente el analista?
- d. ¿Están ajustados los procedimientos y equipos para el propósito?
- e. ¿El nivel de calibración y la trazabilidad son adecuados?
- f. ¿Qué medidas se toman para asegurar la confiabilidad de los resultados (análisis por duplicado, uso de materiales de referencia certificados, muestras control análisis por otro analista u otro tipo de controles internos o externos)?
- g. ¿Es suficiente la información para su interpretación en el reporte?
- h. ¿El nivel de los registros es suficiente para el propósito?
- i. ¿Se conoce alguna regulación relevante?

5.2.2.3 Donde se deba tomar la decisión de detener el proyecto, cambiar el plan o tomar una acción importante, el cliente debe estar considerado en la toma de decisiones.

#### 5.2.3 Dirección de recursos de las pruebas.

5.2.3.1 Algunas pruebas pueden requerir involucrar varios científicos de diversos departamentos o incluso especialistas externos. El rol de la dirección es importante para asegurar que existe cooperación por parte de todo el equipo así como para

garantizar que el personal esta enterado de sus actividades y responsabilidades en el grupo. Se debe prestar atención en:

- a. Definición de jerarquías en el proyecto, con los líderes en áreas en específico, autoridades y responsabilidades de todos los miembros del equipo.
- b. Participación de todo el personal pertinente (incluyendo el cliente) en la definición de las pruebas y en la planeación del proyecto.
- c. Comunicación. Realizar reuniones de trabajo en intervalos de tiempo apropiados para intercambio de información, solución de problemas, consultas, reportes coordinación y toma de decisiones.

#### 5.2.4 La planeación puede incluir:

- a. Evaluación de las habilidades requeridas en el proyecto, comparando estas contra lo que esta disponible, los planes deben cubrir cualquier déficit. Estas incluyen consideraciones especiales como control ambiental, equipos y reactivos, equipo de seguridad y procedimientos de descontaminación.
- b. Costos del personal y presupuesto para el trabajo.
- c. Establecimiento de una agenda de trabajo consistente con el cliente y sus requisitos.
- d. Disponibilidad y localización de recursos para las pruebas.
- e. Identificación de problemas potenciales por la disposición de muestras, reactivos y contaminación del equipo.

#### 5.2.5 Progreso de revisión y monitoreo del trabajo

5.2.5.1 El progreso del trabajo debe controlarse por la comparación de los archivos, el uso de recursos contra los presupuestos en intervalos regulares. Revisiones informales pueden ser realizadas por el personal del laboratorio. Dificultades inesperadas de los resultados o desviaciones a los objetivos y metas deben informarse.

5.2.5.2 El progreso en el trabajo debe de reportarse de la dirección del laboratorio al cliente. Debe informarse de manera formal y en los intervalos acordados con el cliente en el plan de trabajo.

5.2.5.3 Los proyectos de revisión requieren de registros de los datos del laboratorio, observaciones y reporte del progreso. Los registros pueden incluir bitácoras, computadoras, impresiones, registros de los equipos, condiciones de trabajo, observaciones durante el desarrollo del trabajo así como la justificación de las tácticas o cambios en el plan de trabajo. El nivel de los registros debe ser tal que otros científicos puedan repetir los experimentos y obtener resultados similares.

### 5.3 Personal

5.3.1 La dirección del laboratorio debe asegurar la competencia de todos los que operan equipos específicos, realizan ensayos, evalúan los resultados y firman informes. Cuando emplea personal en formación, debe proveer una supervisión apropiada. Es responsabilidad de la dirección establecer diferentes niveles de supervisión para cada prueba, dependiendo de la dificultad del trabajo y la capacidad del analista. El personal que realiza tareas específicas debe estar calificado sobre la base de una educación, formación, experiencia apropiadas y de habilidades demostradas, según sea requerido.

5.3.2 La dirección del laboratorio debe formular las metas con respecto a la educación, formación y habilidades del personal del laboratorio. El laboratorio debe tener una política y procedimientos para identificar las necesidades de formación del personal y para proporcionarla. El programa de formación debe ser pertinente a las tareas presentes y futuras del laboratorio. Se debe evaluar la eficacia de las acciones de formación implementadas.

5.3.3 El laboratorio debe disponer de personal que esté empleado por el laboratorio o que esté bajo contrato con él. Cuando utilice personal técnico y de apoyo clave, ya sea bajo contrato o a título suplementario, el laboratorio debe asegurarse de que dicho personal sea supervisado, que sea competente, y que trabaje de acuerdo con el sistema de gestión del laboratorio.

5.3.4 El laboratorio debe mantener actualizados los perfiles de los puestos de trabajo del personal directivo, técnico y de apoyo clave involucrado en los ensayos. Los perfiles pueden incluir como mínimo:

- a. Educación (académica, profesional, técnico o vocacional).
- b. Experiencia técnica
- c. Cursos de entrenamientos internos o externos a los que ha asistido.
- d. Aspectos relevantes durante el entrenamiento.



- e. Experiencia en investigación y desarrollo.
- f. Publicaciones, pósters presentados o lecturas.

5.3.5 La dirección debe autorizar a miembros específicos del personal para realizar tipos particulares de muestreos, ensayos, emisión de informes, opiniones e interpretaciones y para operar tipos particulares de equipos. El laboratorio debe mantener registros de las autorizaciones pertinentes y de la competencia técnica del personal. Esta información debe estar fácilmente disponible e incluir la fecha en la que se confirma la autorización o la competencia.

5.3.6 Analistas involucrados en investigación y desarrollo deben tener o desarrollar habilidades particulares. Por ejemplo los analistas deberán tener un alto grado de juicio en el desarrollo de los análisis. Los analistas ocasionalmente pueden encontrar problemas más allá de su experiencia o la del laboratorio, por lo que deben contar con experiencia en la búsqueda de información. Estos deben mantenerse actualizados mediante la lectura de artículos de revistas científicas, asistiendo a seminarios y cursos, participando en actividades profesionales y estando enterados de la opinión de expertos en el área. La dirección es responsable de asegurar que el personal cuente con los recursos para el mantenimiento de esas habilidades.

#### 5.4 Instalaciones y condiciones ambientales

5.4.1 Las instalaciones del laboratorio, incluidas, pero no en forma excluyente, las fuentes de energía, la iluminación y las condiciones ambientales, deben facilitar la realización correcta de los ensayos.

5.4.2 El laboratorio debe asegurarse de que las condiciones ambientales no invaliden los resultados ni comprometan la calidad requerida de las mediciones. Se deben tomar precauciones especiales cuando el muestreo y los ensayos se realicen en sitios distintos de la instalación permanente del laboratorio. Los requisitos técnicos para las instalaciones y las condiciones ambientales que puedan afectar a los resultados de los ensayos deben estar documentados.

5.4.3 El laboratorio debe realizar el seguimiento, controlar y registrar las condiciones ambientales según lo requieran los métodos y procedimientos correspondientes, o cuando éstas puedan influir en la calidad de los resultados. Se debe prestar especial atención, por ejemplo, en esterilidad biológica, polvo, interferencia electromagnética, radiación, humedad, suministro eléctrico, temperatura, niveles de ruido y vibración,

en función de las actividades técnicas en cuestión. Cuando las condiciones ambientales comprometan los resultados de los ensayos, éstos se deben interrumpir.

- 5.4.4 Debe haber una separación eficaz entre áreas vecinas en las que se realicen actividades incompatibles. Se deben tomar medidas para prevenir la contaminación cruzada.
- 5.4.5 Se debe controlar el acceso y el uso de las áreas que afectan a la calidad de los ensayos. El laboratorio debe determinar la extensión del control en función de sus circunstancias particulares.
- 5.4.6 Se deben tomar medidas para asegurar el orden y la limpieza del laboratorio. Cuando sean necesarios se deben preparar procedimientos especiales.

## 5.5 Métodos de ensayo y validación de los métodos

### 5.5.1 Generalidades

- 5.5.1.1 El laboratorio debe aplicar métodos y procedimientos apropiados para todos los ensayos dentro de su alcance. Es deseable que los procedimientos incluyan protocolos generales. Métodos nuevos pueden ser integrados por la combinación de procedimientos existentes, esta metodología presenta la ventaja de que se puede usar la información de validación e incertidumbre, así como técnicas estadísticas para el análisis de los datos de los ensayos. Estos incluyen muestreo, manipulación, transporte, almacenamiento y preparación de las muestras.
- 5.5.1.2 El laboratorio debe tener instrucciones para el uso y el funcionamiento de todo el equipamiento pertinente, y para la manipulación y preparación de las muestras. Todas las instrucciones, normas, manuales y datos de referencia correspondientes al trabajo del laboratorio se deben mantener actualizados y deben estar fácilmente disponibles para el personal. Las desviaciones respecto de los métodos deben ocurrir solamente si la desviación ha sido documentada, justificada técnicamente, autorizada o aceptada por el cliente.
- 5.5.1.3 Donde no exista un procedimiento o sea inapropiado, se deben emplear notas lo suficientemente detalladas para describir el trabajo realizado, estos registros se deben almacenar para futuras consultas.

#### 5.5.2 Selección de los métodos

5.5.2.1 El laboratorio debe utilizar métodos, incluidos los de muestreo, que satisfagan las necesidades del cliente y que sean apropiados para los ensayos que realiza. Se pueden utilizar preferentemente métodos publicados como normas internacionales, regionales o nacionales.

5.5.2.2 Cuando sea necesario, la norma puede ser complementada con detalles adicionales para asegurar una aplicación coherente. Cuando el cliente no especifique el método a utilizar, el laboratorio puede seleccionar los métodos apropiados que hayan sido publicados en normas internacionales, regionales o nacionales, por organizaciones técnicas reconocidas, en libros o revistas científicas especializados, o especificados por el fabricante del equipo. También se pueden utilizar los métodos desarrollados por el laboratorio o los métodos adaptados por el laboratorio si son apropiados para el uso previsto y si han sido validados. El cliente debe ser informado del método elegido.

5.5.2.3 Si el método propuesto por el cliente se considera inapropiado o desactualizado, el laboratorio debe informárselo.

#### 5.5.3 Métodos desarrollados por el laboratorio

5.5.3.1 La introducción de los métodos desarrollados por el laboratorio para su uso debe ser una actividad planificada y debe ser asignada a personal calificado, provisto de los recursos adecuados. La planeación deben ser actualizada a medida que avanza el desarrollo y se debe asegurar una comunicación eficaz entre todo el personal involucrado.

#### 5.5.4 Métodos no normalizados

5.5.4.1 Cuando sea necesario utilizar métodos no normalizados, éstos deben ser acordados con el cliente y deben incluir una especificación clara de los requisitos y del objetivo del ensayo. El método desarrollado debe haber sido validado adecuadamente.

#### 5.5.5 Validación de los métodos

5.5.5.1 El laboratorio debe validar los métodos no normalizados, métodos que diseña o desarrolla, métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, así como las ampliaciones y modificaciones de métodos normalizados y confirmar que los métodos son aptos para el fin previsto.

5.5.5.2 La gama y la exactitud de los valores que se obtienen empleando métodos validados (por ejemplo, incertidumbre de los resultados, límite de detección, selectividad del método, linealidad, repetibilidad o reproducibilidad, robustez ante influencias externas o la sensibilidad cruzada frente a interferencias provenientes de la matriz de la muestra o del objeto de ensayo) deben responder a las necesidades de los clientes tal como fueron fijadas para el uso previsto.

5.5.6 Estimación de la incertidumbre de la medición.

5.5.6.1 Los laboratorios de ensayo deben tener y aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre de la medición. En algunos casos la naturaleza del método de ensayo puede excluir un cálculo riguroso, metrológicamente y estadísticamente válido. En estos casos el laboratorio puede, por lo menos, tratar de identificar todos los componentes de la incertidumbre y hacer una estimación razonable, y asegurar que el resultado no debe dar una impresión equivocada del valor de la incertidumbre. Una estimación razonable se debe basar en un conocimiento del desempeño del método y en el alcance de la medición y hacer uso, por ejemplo, de la experiencia adquirida y de los datos de validación anteriores.

5.5.6.2 Cuando se estima la incertidumbre de la medición, se deben tener en cuenta todos los componentes de la incertidumbre que sean de importancia en la situación dada, utilizando métodos apropiados de análisis.

5.5.7 Control de los datos

5.5.7.1 Los cálculos y la transferencia de los datos deben estar sujetos a verificaciones adecuadas llevadas a cabo de una manera sistemática. En investigación y desarrollo los datos generados pueden ser comparados contra artículos especializados, datos teóricos en modelos específicos o usando materiales de referencia.

5.5.7.2 Cuando se utilicen computadoras o equipos automatizados para captar, procesar, registrar, informar, almacenar o recuperar los datos de los ensayos o de las calibraciones, el laboratorio debe asegurarse de que:

- a. El software desarrollado por el usuario esté documentado con el detalle suficiente y haya sido convenientemente validado, de modo que se pueda asegurar que es adecuado para el uso;
- b. Se establecen e implementan procedimientos para proteger los datos; tales procedimientos deben incluir, pero no limitarse a, la integridad y la

confidencialidad de la entrada o recopilación de los datos, su almacenamiento, transmisión y procesamiento;

- c. Se hace el mantenimiento de las computadoras y equipos automatizados con el fin de asegurar que funcionan adecuadamente y que se encuentran en las condiciones ambientales y de operación necesarias para preservar la integridad de los datos.

## 5.6 Equipos

- 5.6.1 El equipo debe comprarse de acuerdo a especificaciones técnicas. El funcionamiento correcto y el cumplimiento con las especificaciones deben ser verificadas. La instrumentación tanto en investigación y desarrollo como en trabajo de rutina tiene igual importancia la calificación de diseño, de instalación, de funcionamiento y de operación. El fabricante o proveedor de equipos tiene la obligación de demostrar al cliente que el instrumento cumple con las especificaciones.
- 5.6.2 El laboratorio debe estar provisto con todos los equipos para el muestreo, la medición y el ensayo, requeridos para la correcta ejecución de las pruebas. En aquellos casos en los que el laboratorio necesite utilizar equipos que estén fuera de su control permanente, debe asegurarse de que se cumplan los requisitos de esta norma.
- 5.6.3 Los equipos y su software utilizado para los ensayos y el muestreo deben permitir lograr la exactitud requerida y deben cumplir con las especificaciones pertinentes para los ensayos concernientes. Se deben establecer programas de calibración para las magnitudes o los valores esenciales de los instrumentos cuando dichas propiedades afecten significativamente a los resultados. Antes de poner en servicio un equipo (incluido el utilizado para el muestreo) se debe calibrar o verificar con el fin de asegurar que responde a las exigencias especificadas del laboratorio y cumple las especificaciones normalizadas pertinentes.
- 5.6.4 Los equipos deben ser operados por personal autorizado. Las instrucciones actualizadas sobre el uso y el mantenimiento de los equipos (incluido cualquier manual pertinente suministrado por el fabricante del equipo) deben estar disponibles para ser utilizadas por el personal.
- 5.6.5 Cada equipo y su software utilizado que sea importante para el resultado, debe, en la medida de lo posible, estar unívocamente identificado.
- 5.6.6 Investigación y desarrollo puede involucrar la modificación de algún instrumento o el diseño de uno totalmente. Estos deben validarse después de su construcción, la

prueba final en el funcionamiento de un equipo calibrado es mediante el análisis de un Material de Referencia Certificado (MRC).

- 5.6.7 Se deben establecer registros de cada componente del equipamiento y su software que sea importante para la realización de los ensayos. Los registros deben incluir por lo menos lo siguiente:
- a. Identificación del equipo y su software;
  - b. Nombre del fabricante, identificación del modelo, número de serie u otra identificación única;
  - c. Verificaciones de la conformidad del equipo con la especificación;
  - d. Ubicación actual, cuando corresponda;
  - e. Las instrucciones del fabricante, si están disponibles, o referencia a su ubicación;
  - f. Fechas, resultados y copias de los informes y de certificados de todas las calibraciones, ajustes, criterios de aceptación, y fecha prevista de la próxima calibración;
  - g. Plan de mantenimiento, cuando corresponda y el mantenimiento llevado a cabo hasta la fecha;
  - h. Todo daño, mal funcionamiento, modificación o reparación del equipo.
- 5.6.8 El laboratorio debe tener procedimientos para la manipulación segura, transporte, almacenamiento, uso y mantenimiento planificado de los equipos de medición con el fin de asegurar el funcionamiento correcto y de prevenir la contaminación o deterioro.
- 5.6.9 Los equipos que hayan sido sometidos a una sobrecarga o a un uso inadecuado, que den resultados dudosos, o se haya demostrado que son defectuosos o que están fuera de los límites especificados, deben ser puestos fuera de servicio. Se deben aislar para evitar su uso o se deben rotular o marcar claramente hasta que se reparen y se demuestre que funcionan correctamente.
- 5.6.10 Cuando sea posible, todos los equipos bajo el control del laboratorio que requieran una calibración, deben ser rotulados, codificados o identificados de alguna manera para indicar el estado de calibración, incluida la fecha en la que fueron calibrados por última vez y su fecha de vencimiento o el criterio para la próxima calibración.
- 5.6.11 Cuando, por cualquier razón, el equipo quede fuera del control directo del laboratorio, éste debe asegurarse de que se verifica el funcionamiento y el estado de calibración

del equipo y de que son satisfactorios, antes de que el equipo sea reintegrado al servicio.

5.6.12 Cuando se necesiten comprobaciones intermedias para mantener la confianza en el estado de calibración de los equipos, éstas se deben efectuar según un procedimiento definido.

5.6.13 Cuando las calibraciones den lugar a un conjunto de factores de corrección, el laboratorio debe tener procedimientos para asegurarse de que las copias (por ejemplo, en el software), se actualizan correctamente.

5.6.14 Se deben proteger los equipos, tanto el hardware como el software, contra ajustes que pudieran invalidar los resultados.

## 5.7 Trazabilidad de las mediciones

### 5.7.1 Generalidades

Todos los equipos utilizados para los ensayos, incluidos los equipos para mediciones auxiliares (por ejemplo, de las condiciones ambientales) que tengan un efecto significativo en la exactitud o en la validez del resultado o del muestreo, deben ser calibrados antes de ser puestos en servicio. El laboratorio debe establecer un programa y un procedimiento para la calibración de sus equipos.

### 5.7.2 Requisitos específicos

#### 5.7.2.1 Ensayos

5.7.2.1.1 Para los laboratorios de ensayo, los equipos de medición, a menos que se haya establecido que la incertidumbre introducida por la calibración contribuye muy poco a la incertidumbre total del resultado, el laboratorio debe asegurarse de que el equipo utilizado puede proveer la incertidumbre de medición requerida.

5.7.2.1.2 Cuando la trazabilidad a las unidades del sistema internacional (SI) no sea posible o no sea pertinente, se deben exigir los mismos requisitos para la trazabilidad (por ejemplo, por medio de materiales de referencia certificados, métodos acordados o normas consensuadas). Otros mecanismos de validación son descritos en decremento a su nivel de confianza:

- a. Tomando parte en comparaciones interlaboratorios.
- b. Desarrollando varios controles de análisis durante la realización de la prueba.
- c. Empleando varios métodos y obteniendo el mismo resultado.
- d. Análisis de una muestra con contenido conocido

5.7.2.1.3 Existen varias opciones para la caracterización del desempeño de un método: veracidad, repetibilidad, usando materiales de referencia y reproducibilidad. La validación en investigación y desarrollo puede limitarse al uso de estándares preparados por el laboratorio y la determinación de la incertidumbre. Métodos desarrollados por el laboratorio deben ser validados, documentados y autorizados previos a su uso.

5.7.2.1.4 El tratamiento de los datos para su validación debe considerar varios parámetros de desempeño del método y analíticos como límite de detección, límite de cuantificación, intervalo de medida, sensibilidad, repetibilidad, reproducibilidad, exactitud y otros términos (por ejemplo robustez) deben ser considerados.

5.7.2.1.5 Las necesidades de validación dependen del uso del método o técnica. Una limitante para técnicas o procedimientos nuevos es que el cliente solicite una validación extensa. En varios casos una validación no es necesaria o no es posible, en estos casos el juicio del analista debe decidir si es posible comparar con otro método.

5.7.2.1.6 Se asume que en investigación y desarrollo se necesita un gran esfuerzo para la validación de nuevas técnicas o métodos en uso. Las operaciones individuales involucran actividades que pueden desarrollarse en varios métodos, si estas operaciones se validan, la combinación de estas generaría un mínimo de validación o verificación.

5.7.2.1.7 Los métodos se pueden validar por diferentes maneras. Análisis de MRC con matriz similar a las muestras da un alto nivel de confianza como validación *"in house"*.

### 5.7.3 Materiales de referencia

5.7.3.1 Cada vez que sea posible se debe establecer la trazabilidad de los materiales de referencia a las unidades de medida del sistema internacional (SI) o a materiales de



referencia certificados. Los materiales de referencia internos deben ser verificados en la medida que sea técnica y económicamente posible.

5.7.3.2 Cuando en investigación y desarrollo no exista un material de referencia certificado o no sea posible relacionarlo con un estándar nacional o internacional se pueden elaborar materiales de referencia internos. Es deseable emplear 2 materiales caracterizados para determinar el alcance del procedimiento, calibración o control de calidad del instrumento. Mezclas específicas de estos analitos pueden ser utilizadas para probar los parámetros de prueba como por ejemplo la resolución en un proceso de separación.

5.7.3.3 En investigación y desarrollo es frecuente que no se encuentren estándares o calibradores bien caracterizados, si la estequiometría de la calibración se desconoce, se debe registrar el contenido exacto del estándar de calibración con un método absoluto, donde la respuesta del estándar no dependa de la calibración del equipo (volumetría, coulombimetría, gravimetría).

#### 5.7.4 Verificaciones intermedias

5.7.4.1 Se deben llevar a cabo las verificaciones que sean necesarias para mantener la confianza en el estado de calibración de los materiales de referencia de acuerdo con procedimientos y un programa definido.

#### 5.7.5 Transporte y almacenamiento

5.7.5.1 El laboratorio debe tener procedimientos para la manipulación segura, transporte, almacenamiento y uso de materiales de referencia con el fin de prevenir su contaminación, deterioro y preservar su integridad. En el caso de materiales de referencia, reactivos, estándares de calibración usados en investigación y desarrollo deben estar adecuadamente etiquetados y si es necesario prevenir su contaminación mediante la restricción de su uso a personal autorizado. Detalles de su preparación deben estar en un procedimiento si es que aplica.

### 5.8 Muestreo

5.8.1 El laboratorio debe tener un plan y procedimientos para el muestreo cuando efectúe el muestreo de sustancias, materiales o productos que luego ensaye. El plan y el procedimiento para el muestreo deben estar disponibles en el sitio de uso. Los planes de muestreo deben, siempre que sea razonable, estar basados en métodos estadísticos apropiados. El proceso de muestreo debe considerar los factores que

deben ser controlados para asegurar la validez de los resultados de ensayo. Cuando en investigación y desarrollo se involucre el desarrollo de nuevas pruebas a muestras reales, el método de muestreo debe considerar el tamaño de la muestra. Durante el desarrollo de las pruebas es de utilidad el uso de grandes cantidades de muestra para la validación del método. La estrategia de muestreo debe prever problemas de toxicidad, almacenamiento y descomposición de las muestras. El personal debe hacer uso de su experiencia para asegurar que el procedimiento es apropiado.

5.8.2 Cuando el cliente requiera desviaciones, adiciones o exclusiones del procedimiento de muestreo, se deben registrar en detalle junto con los datos del muestreo correspondiente e incluir todos los documentos que contengan los resultados de los ensayos y deben ser comunicados al personal concerniente.

5.8.3 El laboratorio debe tener procedimientos para registrar los datos y las operaciones relacionados con el muestreo que forma parte de los ensayos que lleva a cabo. Estos registros deben incluir el procedimiento de muestreo utilizado, la identificación de la persona que lo realiza, las condiciones ambientales (si corresponde) y los diagramas u otros medios equivalentes para identificar el lugar del muestreo según sea necesario y, si fuera apropiado, las técnicas estadísticas en las que se basan los procedimientos de muestreo.

5.8.4 Previo a un submuestreo es necesario asegurar la homogeneidad de la muestra. Se debe estimar la incertidumbre de este proceso. En casos críticos es aconsejable retener las muestras después del análisis hasta que la validez de los resultados sean confirmados mediante revisión.

## 5.9 Manipulación de las muestras.

5.9.1 El laboratorio debe tener procedimientos para el transporte, recepción, manipulación, protección, almacenamiento, conservación o disposición final de las muestras de ensayo, incluidas todas las disposiciones necesarias para proteger la integridad de las mismas.

5.9.2 El laboratorio debe tener un sistema para la identificación de muestras. La identificación debe conservarse durante la permanencia de la muestra en el laboratorio. El sistema debe ser diseñado y operado de modo tal que asegure que las muestras no puedan ser confundidas físicamente ni cuando se haga referencia a ellas en registros u otros documentos. Cuando corresponda, el sistema debe prever una subdivisión en grupos de muestras y la transferencia dentro y desde el laboratorio.

- 5.9.3 Al recibir las muestras, se deben registrar las anomalías o los desvíos en relación con las condiciones normales o especificadas, según se describen en el correspondiente método de ensayo. Cuando exista cualquier duda respecto a la adecuación de la muestra para un ensayo, o cuando no cumpla con la descripción provista, el laboratorio debe solicitar al cliente instrucciones adicionales antes de proceder y debe registrar lo tratado.
- 5.9.4 El laboratorio debe tener procedimientos e instalaciones apropiadas para evitar el deterioro, pérdida o daño de muestras de ensayo durante el almacenamiento, la manipulación y la preparación. Se deben seguir las instrucciones para la manipulación provistas con la muestra. Cuando las muestras deban ser almacenadas o acondicionadas bajo condiciones ambientales especificadas, debe realizarse el mantenimiento, seguimiento y registro de estas condiciones. Cuando una muestra o parte de ella deba mantenerse segura, el laboratorio debe tener disposiciones para el almacenamiento y la seguridad que protejan la condición e integridad de la muestra o de las partes en cuestión.
- 5.9.5 Las muestras deben ser almacenadas hasta que la probabilidad de su uso sea nula o hasta que la integridad de la muestra ya no sea conveniente, a menos que se este realizando un estudio de estabilidad.
- 5.10 Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo.
- 5.10.1 El laboratorio debe tener procedimientos de control de la calidad para realizar el seguimiento de la validez de los ensayos llevados a cabo. Los datos resultantes deben ser registrados en forma tal que se puedan detectar tendencias, cuando sea posible, se deben aplicar técnicas estadísticas para la revisión de los resultados. Dicho seguimiento debe ser planificado y revisado, puede incluir, los elementos siguientes:
- a. Uso regular de materiales de referencia certificados o un control de calidad interno utilizando materiales de referencia secundarios;
  - b. Participación en comparaciones interlaboratorios o programas de ensayos de aptitud;
  - c. Repetición de ensayos utilizando el mismo método o métodos diferentes;
  - d. Correlación de los resultados para diferentes características de una muestra;
- 5.10.2 Los datos de control de la calidad deben ser analizados y, si no satisfacen los criterios predefinidos, se deben tomar acciones para corregir el problema y evitar consignar resultados incorrectos. Bajo circunstancias críticas el uso de diferentes técnicas

analíticas y/o procedimientos susceptibles de diferentes interferencias es aconsejable para verificar los resultados.

- 5.10.3 Control de calidad del método. El monitoreo de control de calidad en el método debe desarrollarse mediante la identificación de los parámetros críticos del método. El monitoreo por gráficos de control es una buena medida de asegurar el buen funcionamiento y calibración de los equipos. Estos gráficos pueden elaborarse mediante el análisis de un material de referencia. Hacer una replica del análisis cuando estén disponibles. Cuando un laboratorio de investigación y desarrollo realiza varias pruebas de muestras de naturaleza similar bajo un procedimiento en particular, pueden emplear gráficos de control o muestras control para monitorear la estabilidad y desempeño del equipo.
- 5.10.4 Además de que el laboratorio cuente con un monitor de la calidad interno, el aseguramiento de la calidad externo puede ser de utilidad para:
- a. Demostrar calidad hacia los clientes, cuerpos regulatorios, cuerpos de financiamiento y otras partes externas
  - b. Comparar el nivel de calidad con otros laboratorios.
- 5.10.5 En laboratorios de investigación y desarrollo el rigor del aseguramiento de la calidad debe ser más flexible y menos burocrático que en laboratorios donde se hace trabajo de rutina. Existen varias opciones para asegurar la calidad en laboratorios de investigación y desarrollo:
- 5.10.5.1 Aseguramiento formal vs. ISO 25, ISO 9000 y GLP. Algunas veces es posible que la acreditación formal se de a grupos de pruebas en lugar de pruebas en específico, particularmente donde el laboratorio en cuestión tiene un sistema de calidad y tiene un alto grado de experiencia técnica. Es posible extender la acreditación en todos los tipos de pruebas.
- 5.10.5.2 Benchmarking. Es un proceso continuo y sistemático en el cual un laboratorio u organización compara sus prácticas y procedimientos con otras organizaciones para obtener mejoras en estos. Los niveles de comparación pueden ser internos, externos, competitivos, no competitivos y buenas practicas. Para que sea efectivo el proceso se debe elaborar un código de ética por ambas partes.
- 5.10.5.3 Ranking de laboratorios. Algunas publicaciones solamente son aceptadas para publicación cuando han sido revisadas por un grupo de expertos. El instituto de información científica publica un ranking de las revistas en orden de merito. Así un

laboratorio obtiene prestigio por el lugar donde tienen sus publicaciones. Un laboratorio puede incrementar el número de publicaciones, sin embargo laboratorios que no aumentan el número de artículos no necesariamente implica que realizan un trabajo pobre en calidad.

5.10.5.4 Visita de grupos o revisiones en publicaciones. La evaluación debe efectuarse contra los objetivos con énfasis en la excelencia de la ciencia, personal y facilidades. Los términos de referencia de cada grupo pueden variar entre grupos y no existe reconocimiento universal. Las áreas a evaluar pueden incluir:

- a. Entrenamiento y calificaciones del personal
- b. Conocimiento del personal en las publicaciones relacionadas a su área
- c. Recursos
- d. Grado de colaboración científica
- e. Efectividad de transferencia de tecnología
- f. Dirección y programas de investigación y desarrollo.
- g. Si los proyectos de la organización realmente conocen las necesidades de los clientes.

5.10.6 El aseguramiento de calidad por medio de visitas por los clientes se consideran de manera especial, pues los clientes pueden carecer de experiencia técnica. La revisión por publicaciones implica evaluar el número de publicaciones así como la calidad de las mismas en revistas científicas así como el impacto de esas publicaciones.

## 5.11 Informe de los resultados

### 5.11.1 Generalidades

5.11.1.1 Los resultados de cada ensayo o serie de ensayos efectuados por el laboratorio, deben ser informados en forma exacta, clara, no ambigua y objetiva, de acuerdo con las instrucciones específicas de los métodos.

5.11.1.2 Los resultados deben ser informados, por lo general en un informe de resultados y deben incluir toda la información requerida por el cliente y necesaria para la interpretación de los resultados de la prueba, así como toda la información requerida por el método utilizado.

5.11.1.3 En el caso de ensayos realizados para clientes internos, o en el caso de un acuerdo escrito con el cliente, los resultados pueden ser informados en forma simplificada.

#### 5.11.2 Informes de ensayos

5.11.2.1 Cada informe de ensayo debe incluir la siguiente información, salvo que el laboratorio tenga razones válidas para no hacerlo así:

- a. Título (por ejemplo, "Informe de ensayo");
- b. Nombre, dirección del laboratorio y el lugar donde se realizaron los ensayos, si fuera diferente de la dirección del laboratorio;
- c. Identificación única del informe (tal como el número de serie) y en cada página una identificación para asegurar que la página es reconocida como parte del informe, así como identificación del final del informe;
- d. Nombre y dirección del cliente;
- e. Identificación del método utilizado;
- f. Descripción e identificación no ambigua de la o de las muestras;
- g. Fecha de recepción de la o de las muestras analizadas, cuando ésta sea esencial para la validez y la aplicación de los resultados, y fecha de ejecución del ensayo;
- h. Referencia al plan y a los procedimientos de muestreo utilizados por el laboratorio u otros organismos, cuando éstos sean pertinentes para la validez o la aplicación de los resultados;
- i. Resultados de los ensayos con sus unidades de medida, cuando corresponda;
- j. El o los nombres, funciones y firmas o una identificación equivalente de la o las personas que autorizan el informe de ensayo;
- k. Cuando corresponda, una declaración de que los resultados sólo están relacionados con las muestras analizadas.

5.11.2.2 En los casos en que sea necesario la interpretación de los resultados de los ensayos, el informe debe incluir lo siguiente:

- a. Desviaciones, adiciones o exclusiones del método e información sobre condiciones específicas, tales como las condiciones ambientales;
- b. Cuando corresponda, una declaración sobre el cumplimiento o no cumplimiento con los requisitos o las especificaciones;
- c. Cuando sea aplicable, una declaración sobre la incertidumbre de medición

estimada; la información sobre la incertidumbre es necesaria en los informes cuando sea pertinente para la validez o aplicación de los resultados, cuando así lo requieran las instrucciones del cliente, o cuando la incertidumbre afecte al cumplimiento con los límites de una especificación;

- d. Cuando sea apropiado y necesario, las opiniones e interpretaciones;
- e. La información adicional que pueda ser requerida por métodos específicos, clientes o grupos de clientes.

5.11.2.3 Los informes que contengan los resultados del muestreo, deben incluir lo siguiente:

- a. Fecha de muestreo;
- b. Identificación inequívoca de la sustancia, material o producto muestreado (incluido nombre del fabricante, modelo o tipo de designación y los números de serie, según corresponda);
- c. Lugar de muestreo, incluido cualquier diagrama, croquis o fotografía;
- d. Referencia al plan y a los procedimientos de muestreo utilizados;
- e. Detalles de las condiciones ambientales durante el muestreo que puedan afectar a la interpretación de los resultados del ensayo;
- f. Cualquier norma o especificación sobre el método o el procedimiento de muestreo, y las desviaciones, adiciones o exclusiones de la especificación concerniente.

5.11.3 Publicaciones, Reportes y transferencia de tecnología.

5.11.3.1 En laboratorios que realizan investigación y desarrollo existen varias maneras de reportar el trabajo, en primer lugar se debe reportar el resultado a los clientes en el formato adecuado y usando un lenguaje que el cliente pueda entender. El reporte debe contener suficiente información que permita repetir algún resultado o todo el trabajo experimental. En particular, incluir una estimación de la incertidumbre asociada donde sea apropiado.

5.11.3.2 Si el trabajo generado aporta nuevo conocimiento en métodos, técnicas, o algún tema de interés, la información se puede explotar de varias formas como publicaciones en revistas, patentes, licencias, etc. Sin embargo la propiedad intelectual del trabajo es del cliente.

5.11.4 Opiniones e interpretaciones

5.11.4.1 Cuando se incluyan opiniones e interpretaciones, el laboratorio debe asentar por escrito las bases que respaldan dichas opiniones e interpretaciones. Las opiniones e interpretaciones deben estar claramente identificadas como tales en un informe. Se deben emplear técnicas para la detección de datos anómalos, distribución de los resultados, la desviación estándar resulta relevante en este caso.

5.11.5 Resultados de ensayos obtenidos de los subcontratistas

5.11.5.1 Cuando el informe contenga resultados realizados por subcontratistas, estos resultados deben estar claramente identificados. El subcontratista debe informar sobre los resultados por escrito o electrónicamente.

5.11.6 Transmisión electrónica de resultados

5.11.6.1 En el caso que los resultados se transmitan por teléfono, fax, correo electrónico u otros medios electrónicos o electromagnéticos, se deben cumplir los requisitos de esta norma (véase control de datos).

5.11.7 Presentación de los informes

5.11.7.1 La presentación elegida debe ser concebida para responder a cada tipo de ensayo efectuado y para minimizar la posibilidad de mala interpretación o mal uso.

5.11.8 Modificaciones a los informes

5.11.8.1 Las modificaciones de fondo a un informe después de su emisión deben ser hechas solamente en la forma de un nuevo documento, o de una transferencia de datos, que incluya la declaración "*Suplemento al Informe*" número de serie (u otra identificación), o una forma equivalente de redacción.

5.11.8.2 Dichas correcciones deben cumplir con todos los requisitos de esta norma. Cuando sea necesario emitir un nuevo informe, éste debe ser unívocamente identificado y debe contener una referencia al original al que reemplaza.



## Capítulo 4. Implementación del sistema de gestión.

El laboratorio de análisis elemental adopta como modelo el documento descrito en el capítulo 3 de esta tesis *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios”* por lo cual propone un manual de calidad ejemplificando algunos documentos y exigencias de la norma, como la calificación de equipos, estimación de la incertidumbre, validación del método y control de los resultados.

Aclaración: Los documentos referidos en negritas, son documentos para uso exclusivo de la USAI por lo que no están sujetos a revisión en el presente trabajo. La siguiente sección se subdivide en cuatro documentos: Manual de Calidad, Calificación de equipos, Estimación de la incertidumbre y Validación del método. La numeración de cada documento es independiente a la numeración de esta tesis, en el caso del manual de calidad, la numeración corresponde con el documento *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios”*

### 4.1. Manual de Calidad

#### 0. Introducción.

El laboratorio de Análisis Elemental (AE) forma parte de la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación (USAI) la cual presta servicios analíticos de alto nivel para apoyar labores de investigación en la Facultad de Química, facultades, institutos y dependencias de la UNAM así como otras universidades, centros de investigación y empresas de iniciativa privada.

La USAI pertenece a la División de Estudios de Posgrado de la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México. Fue creada en enero de 1995 mediante un acuerdo establecido por la Dirección de la Facultad con el apoyo del Programa UNAM-BID y el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología.

Los servicios que ofrece la USAI son los siguientes:

- a. Servicios analíticos que requieren de instrumentación altamente especializada, adaptados a las necesidades de investigación que se realiza en la Facultad de Química;
- b. Servicios analíticos que requieren de alta especialización instrumental dirigida a las necesidades de información analítica de otras dependencias de la UNAM así como industrias de iniciativa privada;
- c. Desarrolla investigación metodológica en las técnicas analíticas de su competencia para mejorar y ampliar la calidad de la prestación de los servicios;

- d. Ofrece capacitación a estudiantes de posgrado y licenciatura para su preparación analítica altamente especializada en este tipo de instrumentación;
- e. Y permite la visita guiada a sus instalaciones.

En la búsqueda de ofrecer un servicio analítico con reconocimiento a nivel nacional e internacional y por tal favorecer una sólida vinculación con la industria nacional, la USAI ha desarrollado e implementado un sistema de gestión de la calidad para demostrar su habilidad de proveer consistentemente análisis y tecnologías analíticas que satisfagan las necesidades del usuario interno (investigadores de la Facultad de Química) y usuario externo (personas que no pertenecen a la Facultad de Química como pueden ser: otras dependencias de la UNAM, facultades e institutos u otras universidades, centros de investigación y empresas privadas).

El sistema de gestión de la calidad de la USAI tiene dos procesos sustanciales: proceso de prestación del servicio analítico para *“usuarios internos”* y *“usuarios externos”* y tres procesos adicionales: proceso directivo, gestión de recursos y el de medición, análisis y mejora.

Para el funcionamiento de la unidad se cuentan con tres procesos externos:

1. Servicios de intendencia y mantenimiento los cuales se describen en la sección 5.4 Instalaciones y condiciones ambientales, de este manual.
2. El proceso de selección y contratación del personal de nuevo ingreso a la Unidad descrito en la sección 5.3 de este manual.
3. El proceso de adquisiciones de suministros mencionado en el procedimiento administrativo ***“compras de servicios y suministros”***.

La Unidad se compromete a mantener su sistema de gestión de calidad cumpliendo los requisitos establecidos en el proyecto de norma *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios”*.

1. Objeto y campo de aplicación.
  - 1.1. Con el objetivo de acreditación se considera el alcance solo para *“usuarios externos”* bajo el proyecto de norma *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios”*. El presente ejercicio solo se realiza para el laboratorio de Análisis Elemental.

La Unidad incluye el sistema de calidad para los servicios analíticos para *“usuarios externos”* y dentro de estos servicios se consideran 18 técnicas analíticas, las cuales generaron los siguientes procedimientos técnicos:

1. Metales por espectrofotometría de absorción atómica por horno de grafito,
2. Metales por espectrofotometría de absorción atómica por flama,
3. Metales por espectrofotometría de absorción atómica por generador de hidruros y vapor frío,
4. Determinación de CHNS por análisis elemental,
5. Determinación de elementos mayores y menores por fluorescencia de rayos X,
6. Determinación de propiedades térmicas de compuestos orgánicos,
7. Determinación de estructuras cristalinas por difracción de rayos X,
8. Difracción de rayos X por el método de polvos para la identificación de compuestos policristalinos,
9. Análisis de compuestos volátiles por EM-IE,
10. Análisis de compuestos no volátiles por FAB,
11. Espectroscopia infrarroja para compuestos químicos,
12. Espectroscopia UV/ Visible para compuestos químicos,
13. Microscopia electrónica de barrido con espectroscopia de energía dispersiva en muestras orgánicas e inorgánicas
14. Microscopia electrónica de transmisión con espectroscopia de energía dispersiva en muestras orgánicas e inorgánicas,
15. Determinación de viscosidad en fluidos no newtonianos,
16. Adquisición de espectros mono- y bi-dimensionales por Resonancia Magnética Nuclear,
17. Análisis cualitativo de especies radical (radicales libres),
18. Microscopía confocal.

La Unidad no realiza muestreo de los materiales y/o productos que analizará. Por lo que los resultados analíticos generados tienen solo el alcance de la muestra entregada en nuestras instalaciones y no asumimos responsabilidad alguna por el origen de la misma.

Es política del laboratorio no realizar ningún tipo de subcontratación de ensayos o pruebas analíticas. En caso de que la unidad no cuente con los recursos necesarios o la capacidad para la resolución del problema el laboratorio podrá sugerir al cliente otros laboratorios que puedan ofrecer el servicio solicitado siempre y cuando la Unidad conozca alguna institución a la cual referenciar al cliente. Es responsabilidad del usuario la elección del laboratorio.

2. Referencias normativas.

- 2.1. NMX-EC-17025-IMNC-última versión *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración”*
- 2.2. Lineamientos y recomendaciones publicadas por EURACHEM / CITAC en su segunda edición 1998 *“Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis”*
- 2.3. International Vocabulary of Metrology- Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM).
- 2.4. NMX-CH-140-IMNC-última versión *“Guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones”*

3. Términos y definiciones.

3.1. Para el adecuado uso de este manual de calidad aplican los términos y definiciones relevantes establecidos en:

- a. NMX-Z-055-IMNC-última versión Vocabulario de términos fundamentales y generales de metrología.
- b. NMX-EC-17000-IMNC-última versión *“Evaluación de la conformidad- Vocabulario y principios generales”*
- c. NMX-CC-9000- IMNC-última versión Sistemas de Gestión de la Calidad. Fundamentos y vocabulario.
- d. Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis.
- e. Proyecto de norma *“Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Investigación, Desarrollo y Análisis no Rutinarios”*

4. Requisitos relativos a la gestión.

4.1. Organización.

4.1.1. El laboratorio de Análisis Elemental adscrito a la USAI es una entidad con responsabilidad legal, lo cual se estipula en el documento externo de confidencialidad que celebra la USAI con otras organizaciones; la unidad forma parte de la División de Estudios de Posgrado de la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), la cual se rige por la legislación universitaria:

- a. Ley orgánica de la UNAM - establece las funciones y estructura de la Universidad Nacional Autónoma de México.

- b. 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.
- c. Estatuto del personal académico - Desglosa los derechos y obligaciones del personal académico de la UNAM, en sus diversas categorías y niveles, detallando los mecanismos para selección, adscripción, permanencia y promoción académica.
- d. Ley federal de trabajo.
- e. Ley federal sobre metrología y normalización.
- f. Contratos Colectivos de Trabajo para personal académico y administrativo.
- g. Reglamento de seguridad e higiene para laboratorios de la facultad de química.

Para fines legales el laboratorio de AE esta ubicado en la USAI, misma que se encuentra en el Circuito escolar s/n, ciudad universitaria. Facultad de Química, planta baja del edificio "B" División de Estudios de Posgrado, CP 04510, México, D.F.

4.1.2. Es responsabilidad del laboratorio llevar a cabo sus procesos, de tal manera que se cumplan los requisitos del proyecto "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios", y se satisfagan las necesidades de sus usuarios y de las autoridades reguladoras. El servicio analítico que ofrece el laboratorio es para dos tipos diferentes de usuarios: uno es el usuario interno y el otro es el usuario externo.

La unidad ofrece el servicio de las siguientes técnicas analíticas:

- a. Espectrometría de absorción atómica
- b. Análisis elemental**
- c. Análisis térmico
- d. Difracción de rayos X de mono cristal
- e. Difracción de rayos X de polvos
- f. Fluorescencia de rayos X
- g. Espectroscopia de IR y UV-Visible
- h. Microscopia electrónica (transmisión y barrido)
- i. Espectrometría de masas (sistemas acoplados CG/EM)
- j. Resonancia magnética nuclear

- k. Resonancia paramagnética electrónica
- l. Reología y propiedades mecánicas de materiales
- m. Microscopia confocal, fluorescencia en vertical y fluorescencia en estereoscópico.

4.1.3. El sistema de calidad del laboratorio cubre el servicio analítico realizado en sus instalaciones en el edificio B y en dos áreas ubicadas en el edificio E (laboratorio de microscopia y el Laboratorio 313 en donde se ubica el área de reología). El Laboratorio no cuenta con ningún tipo de instalación móvil o temporal.

4.1.4. La Unidad es parte de una organización educativa de nivel superior y las actividades de formación de recursos humanos que ejecuta son independientes de los servicios analíticos que se realizan. Las responsabilidades del personal se describe en el documento ***“Descripción de Perfil de Puestos y Responsabilidades”***.

El personal del laboratorio es ajeno a cualquier influencia financiera externa y es política que el personal no reciba ningún tipo de gratificación por parte de sus clientes de manera que no se tienen conflictos de intereses por parte del personal involucrado en el análisis de las muestras.

4.1.5. El laboratorio cumple con lo siguiente:

- a. Tiene personal académico y administrativo con la autoridad y recursos necesarios para llevar a cabo sus actividades de planeación, análisis y control para identificar la ocurrencia de desviaciones al sistema de calidad o a los procedimientos, y de esta manera efectuar las acciones necesarias para prevenir o minimizar y por tal mejorar constantemente el sistema de gestión del laboratorio.
- b. El personal de la unidad 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 no por el personal del laboratorio por tanto el personal está libre de presiones financieras y comerciales, que pudieran afectar su integridad y su juicio analítico. El personal al ingresar a la unidad firma una ***“carta de confidencialidad y ética”*** para usuarios externos. Lo cual compromete al personal involucrado a salvaguardar la información del cliente. En caso de que la información generada se pueda explotar académicamente ya sea en presentaciones en congresos, publicaciones, tesis, etc. el laboratorio solicitará por escrito una carta de autorización del usuario para utilizar dicha información.
- c. Es política del laboratorio asegurar que la información generada en el desarrollo de sus actividades, así como aquella que le sea proporcionada por los usuarios, no se de a

conocer a terceras personas, a fin de asegurar la protección de la información confidencial y los derechos de propiedad de sus usuarios, excepto cuando haya un acuerdo con el usuario y el permiso para darlos a conocer en publicaciones científicas y tecnológicas.

- d. Es política del laboratorio que su personal no se involucre en actividades diferentes a las relacionadas con los análisis de las muestras, las de enseñanza y difusión científica, a fin de evitar involucrarse en cualquier actividad que pueda disminuir la confianza en su competencia, imparcialidad, juicio o integridad operacional. Ver **“Descripción del perfil de puestos y Responsabilidades”**.
- e. En el anexo se ingresa el organigrama a nivel de la Facultad de Química y el organigrama de la estructura organizacional y administrativa de la USAI, en este último se describen los puestos del personal que compone la plantilla laboral de la unidad. Esta estructura permite que cada persona este enterada de la ubicación del área de trabajo de la cual tiene responsabilidad.
- f. La responsabilidad, autoridad e interrelaciones de todo el personal que administra, realiza o verifica el trabajo que afecta la calidad de los servicios analíticos que se llevan a cabo, se establece en el documento de **“Descripción del perfil de puestos y Responsabilidades”**. En el anexo se encuentra localizado el organigrama por área de trabajo.
- g. Los responsables de cada una de las áreas de trabajo y los analistas están familiarizados con el propósito, métodos y procedimientos para cada análisis de su área. En el caso de que exista personal en formación, es responsabilidad del responsable de área prestar la adecuada supervisión y capacitación. El responsable del área dictaminara cuando el personal de nuevo ingreso ha terminado su capacitación y por tal es apto de realizar los análisis o ensayos correspondientes. La supervisión de la evaluación de los resultados de los análisis y de la aplicación de los documentos vigentes se realiza por parte de la jefatura y el Responsable del sistema de calidad mediante inspecciones por paseo. Estas consisten en revisar todos o algunos de los registros de un servicio analítico. El resultado de estas inspecciones puede originar acciones correctivas y/o preventivas.
- h. Además el Jefe de la unidad revisa los informes de servicio de las áreas, en donde supervisa los resultados y la forma de documentarlos, al final del informe pone su firma como visto bueno.
- i. Los responsables de cada una de las áreas de trabajo tienen la responsabilidad total de las operaciones técnicas de su respectiva área y aseguran la calidad requerida en los resultados analíticos, esto se hace constar por medio de una carta de autorización por

parte del jefe hacia los responsables de área. La jefatura tiene la responsabilidad de gestionar los recursos necesarios para los análisis que efectúa el área de trabajo.

- j. El Responsable del sistema de calidad implementa el sistema de calidad en la unidad, lo mantiene actualizado y verifica su cumplimiento en todo momento, para lo cual cuenta con toda la autoridad en el ámbito de su competencia. Tiene acceso directo a la Jefatura, la cual es responsable de tomar las decisiones sobre las políticas y recursos de la unidad.
- k. En caso de ausencia del Jefe su lugar lo ocupa el responsable de la Secretaría Académica de Investigación y Posgrado, el nivel de responsabilidades que cubre son solo de autorizar y gestionar los recursos. En caso de ausencia del Responsable del área de trabajo su lugar lo ocupa el analista que se encuentra a su cargo. En caso de ausencia del Responsable del sistema de calidad su lugar lo ocupan de manera rotativa los Responsables de cada una de las áreas de trabajo iniciando por orden alfabético de área.
- l. El personal conoce la importancia de sus actividades para el logro de los objetivos de su área de trabajo así como de la unidad, esta actividad se ve reforzada en las reuniones de seguimiento del sistema de calidad así como durante las evaluaciones y ejercicios realizados en los mismos seguimientos.

4.1.6. Los procesos de comunicación apropiados dentro de la unidad son a través de reuniones de trabajo de por lo menos una vez al mes para informar sobre la eficacia del sistema de calidad, por medio de correo electrónico, teléfono y por el uso del pizarrón donde se coloca la información para todo el personal.

#### 4.2 Sistema de gestión.

4.2.1 El sistema de calidad esta implementado y mantenido para todos los procesos que realiza la unidad identificados en el alcance de este manual; de los cuales se tienen documentadas sus políticas, sistemas, programas, procedimientos e instrucciones en la amplitud necesaria que aseguran la calidad de los resultados analíticos y permitan la mejora continua del sistema de calidad. El sistema de gestión implementado por la unidad no obliga a que el personal se limite al aplicar su conocimiento y creatividad para la resolución de problemas analíticos, al contrario el sistema da total libertad al analista para proponer nuevas metodologías que permitan resolver cualquier situación y por tal obtener la total satisfacción del cliente. Es política de la Unidad que las desviaciones a los procedimientos son documentados y validados.

La documentación del sistema de calidad es distribuida por el Responsable del sistema de calidad y es su responsabilidad el que esté disponible en el lugar de uso, para su implementación por el responsable de cada área. El Responsable del sistema de calidad y el Responsable de cada área de trabajo, en el ámbito de su competencia, se cercioran que el contenido de los documentos del



sistema de calidad sea entendido.

4.2.2 La unidad no realiza proyectos simultáneamente, cada laboratorio esta limitado a una responsabilidad en específico (ver organigrama) y en el caso de que un usuario solicite trabajo de varios laboratorios, se solicita que cada área reciba una muestra por separado. En caso de que el cliente solicite una interpretación que involucre el trabajo de varios laboratorios, cada área entrega una interpretación y el jefe o en su caso los responsables de las áreas involucradas interpretarán y emitirán un informe.

4.2.3 Política de calidad.

Prestar servicios analíticos de alto nivel y calidad para apoyar a la investigación en la Facultad de Química, la UNAM y otras instituciones académicas; así como en la Industria; para con ello buscar satisfacer sus requisitos de información analítica. La USAI se compromete a aplicar buenas prácticas profesionales en la obtención de la información analítica y mejorar continuamente su sistema de gestión de calidad, de acuerdo con el proyecto *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios”*.

En los objetivos de calidad de la unidad se establecen cuales son las metas del sistema de calidad implementado y con ello demostrar la eficacia del mismo y partir para la mejora continua.

Tabla 1. Objetivos de la calidad:

OBJETIVO DE CALIDAD	INDICADOR DE MEDICIÓN
Mejorar continuamente los procesos de los servicios analíticos.	Relación entre el número de quejas (que procedan) recibidas y el número de servicios solicitados por año. (igual o menor del 0.2) Criterio de aceptación $X \leq 0.2$ , acción correctiva $X > 0.2$
Mantener un programa de superación técnica y científica del personal, tanto en las técnicas actuales como en las nuevas tecnologías.	Número de asistencia a cursos de actualización del personal por año. Programa anual de capacitación. (mínimo 1)
Buscar incorporar las nuevas tecnologías que surjan en el área para los servicios analíticos que presta la unidad	Gestión permanente de la Jefatura ante la dirección de la Facultad para la renovación y adquisición de nuevos equipos y tecnología. (mínimo 1 en un período de 5 años)

Fuente: Elaboración propia.

4.2.4 El Director y representante de la dirección del sistema de calidad es el Jefe de la unidad quien se compromete a desarrollar, apoyar en la implementación del sistema de calidad y mejorar continuamente su eficacia. Este compromiso lo demuestra a través de una carta compromiso de la dirección del sistema de calidad, al establecer las políticas generales y de calidad, los objetivos de

calidad, las revisiones por la dirección y al asegurar la disposición de recursos.

4.2.5 La Jefatura demuestra la importancia de satisfacer los requisitos legales y reglamentarios de sus usuarios de los servicios analíticos mediante la política de calidad y lo informa al personal de la unidad dentro de las reuniones de seguimiento del sistema de calidad.

4.2.6 La estructura documental del sistema de calidad se encuentra conformada por tres niveles de documentación:

1er Nivel.- Manual de Calidad en el cual se establecen las políticas, responsabilidades, los objetivos de calidad y se indica el porqué del sistema de calidad.

2º Nivel.- Procedimientos Administrativos y Técnicos, en ellos se documentan qué se va hacer, quién lo va a realizar, cuándo debe efectuarse y dónde han de llevarse a cabo los diferentes procesos y actividades interrelacionadas y requeridos para la implementación del sistema de calidad.

3er Nivel.- Instructivos, registros y documentación de apoyo, es el elemento palpable que evidencia el cumplimiento de cada uno de los requisitos de la norma; indica las prácticas comunes y está conformado por bitácoras y formatos que deben llenarse para cada una de las labores que así lo requieran, de acuerdo con las funciones asignadas al personal.

4.2.7 Las funciones, responsabilidades y perfil del personal directivo se encuentran descritas en el documento ***“Descripción de perfil de puestos y responsabilidades”***

4.2.8 Durante las revisiones por la dirección la jefatura considera todos los aspectos que pueden cambiar al sistema de calidad. Dichos cambios se dan a conocer al resto del personal en las reuniones de seguimiento.

4.3 Control de los documentos.

4.3.1 La unidad cuenta con el procedimiento administrativo ***“Control de documentos y registros”*** para elaborar y controlar los documentos que emite como parte de su sistema de calidad. Respecto a las regulaciones, normas, otros documentos normativos, métodos de análisis, instrucciones y manuales que son recibidos por la Unidad se controlan como documentos externos identificándolos así en la lista maestra de documentos, previo a su uso se comprueba que sean vigentes.

4.3.2 Aprobación y emisión de documentos.

4.3.2.1 El Responsable del sistema de calidad controla los documentos emitidos en el sistema

de calidad para evitar el uso de documentos obsoletos; además resguarda y pone a disposición del personal de las áreas la lista maestra de documentos donde se identifica el estado de revisión vigente de los documentos. Ver el procedimiento **“Control de documentos y registros”**.

4.3.2.2 El Responsable del sistema de calidad y el Responsable del área de trabajo cuidan que:

- a. Inmediatamente que se elabora o actualiza un documento del sistema de calidad, se dan a conocer los cambios distribuyendo una copia controlada en papel del documento autorizado, en caso del Manual de Calidad se les proporciona una copia en electrónico en formato protegido;
- b. Los documentos se revisan cada 2 años y cuando es necesario se modifican, para asegurar su adecuación y cumplimiento continuo con los requisitos aplicables;
- c. Los documentos obsoletos son retirados de todos los puntos de uso por el Responsable del sistema de calidad en el momento que se entregan las copias controladas de los documentos actualizados;
- d. El Responsable del sistema de calidad sólo retiene el original del documento obsoleto, destruyendo las copias controladas que se hubieran entregado en su oportunidad. El documento obsoleto retenido se sella con la denominación **“cancelado”**.

4.3.2.3 Los documentos del sistema de calidad generados por la unidad muestran una identificación única, fecha de emisión, numeración de las paginas así como el total de las mismas así como las personas responsables de su autorización, para ello se sigue el procedimiento **“Control de documentos y registros”**.

4.3.3 Cambio en los documentos

4.3.3.1 Cuando se identifica la necesidad de modificación de un documento por el personal del laboratorio se informa al responsable de calidad, el cual tiene la obligación de realizar la adecuación del documento. El responsable de calidad planea la revisión de los documentos existentes así como los que se van a modificar.

4.3.3.2 Los cambios a los documentos son revisados y aprobados por las funciones indicadas en el procedimiento **“Control de documentos y registros”** El personal designado tiene acceso a la información de respaldo pertinente sobre la cual se basa su revisión y aprobación.

4.3.3.3 La identificación de los cambios de los documentos se incluyen en un historial de cambios dentro del mismo documento.

4.3.3.4 El sistema de calidad no permite enmiendas a mano en los documentos. Los procedimientos, instructivos y el manual de calidad son válidos solamente si presentan las firmas

de emisión y, en su caso, los sellos respectivos de distribución.

4.3.3.5 La unidad actualmente no tiene documentación mantenida en sistemas computarizados y solamente utiliza editores de texto y hojas de cálculo para procesar datos y cálculos. En este último caso el responsable del área verifica la validez de los resultados.

#### 4.4 Revisión de los pedidos, ofertas y contratos

4.4.1 La USAI al ser una unidad de una organización más grande (UNAM), se rige por los lineamientos establecidos por ella, por lo cual las solicitudes de análisis se consideran con carácter de contrato. La política de la unidad es aceptar solo las solicitudes de análisis para las cuales tenga capacidad y/o existan los procedimientos técnicos, quedan excluidos los servicios que requieran de preparación de muestras así como de procedimientos cuantitativos a excepción del área de Absorción Atómica, muestras que requieran de la adquisición de un estándar con el que no se cuente (salvo cuando el solicitante lo proporcione) y solicitudes que requieran del empleo de métodos normalizados.

La jefatura y/o el Responsable de cada una de las áreas de trabajo se aseguran que cuando se recibe una solicitud de análisis de un usuario se cumpla con:

- a. Los requisitos de información analítica y los métodos que van a ser usados (cuando aplique), estén adecuadamente definidos, documentados y entendidos;
- b. Que se cuenta con capacidad y recursos para cumplir con los requisitos;
- c. En función de la información analítica solicitada se selecciona el método capaz de cumplir con los requisitos del usuario;
- d. Cualquier diferencia entre la solicitud de análisis del usuario y el laboratorio, se resuelve antes de que se inicie el servicio analítico;
- e. Cada solicitud de análisis es aceptada tanto por la unidad como por el usuario cuando se cumplan los requisitos previos.

4.4.2 El Jefe de la unidad y/o Responsable de cada una de las áreas de trabajo mantiene evidencia de las revisiones, incluyendo cualquier cambio significativo, en caso de que llegue a suscitarse. También mantienen los registros de la comunicación pertinente con los usuarios, relativas a sus requisitos y a los resultados del trabajo durante el periodo de ejecución del servicio analítico.

4.4.3 La unidad no realiza la subcontratación de servicios analíticos.

4.4.4 En caso de requerir una modificación a la solicitud de análisis del usuario, la Jefatura se pondrá en contacto con él para mantenerlo informado, por teléfono o correo electrónico y se pide su aprobación para dichas modificaciones (cuando aplique).

4.4.5 Si el usuario requiere una modificación a su solicitud de análisis tiene que pedirlo por escrito a la Jefatura. La Jefatura junto con el Responsable del área de trabajo aceptan y se encargan de notificarlo al personal involucrado en el análisis.

4.5 Subcontratación de ensayos.

4.5.1 La unidad tiene como política no subcontratar análisis o algún otro tipo de servicio que afecte la calidad de los resultados, por lo tanto esta parte del proyecto no aplica.

4.6 Compras de servicios y suministros.

4.6.1 El laboratorio tiene como política solicitar los equipos, servicios e insumos que cumplan con los requisitos de calidad para los análisis que realiza, para ello se siguen las actividades descritas en el "**Procedimiento de compras**" y las políticas de compras establecidas en la Facultad de Química y en la UNAM.

4.6.2 Una vez comprado los insumos, la Jefatura se encarga de revisar lo comprado por el Departamento de compras de la Facultad, en correspondencia con los requisitos de la solicitud y la factura; si corresponde firma de aceptado y lo registra en el formato anual de compras.

4.6.3 Cada uno de los Responsables de las áreas de trabajo solicitan a la Jefatura los insumos y servicios necesarios para su área conforme a los requerimientos técnicos de las metodologías aprobadas por el laboratorio.

4.6.4 Los proveedores que se aceptan por la unidad son aquellos que tienen convenios con la UNAM y están autorizados por el Departamento de compras de la Facultad de Química, por lo que el laboratorio como tal no los selecciona ni evalúa directamente. La unidad tiene una lista de proveedores que les proporcionan servicios.

4.7 Servicio al cliente.

4.7.1 El laboratorio siempre está dispuesto a aclarar cualquier duda de sus usuarios, para lo cual cada Responsable de área los atiende, siempre guardando la confidencialidad hacia otros usuarios.

4.7.2 El laboratorio obtiene retroalimentación, tanto positiva como negativa de sus usuarios a través de aplicar el cuestionario "Voz del usuario". El cual se responde por usuarios externos e internos por lo menos una vez al año y se entregan directamente a la Jefatura. Los cuestionarios son analizados durante las revisiones anuales, o antes si el caso lo amerita.

#### 4.8 Quejas.

4.8.1 La unidad tiene como política atender inmediatamente cualquier queja que provenga de sus usuarios, para ello se siguen las actividades descritas en el procedimiento administrativo **“Quejas”**. Las quejas se registran dentro del formato de cuestionario de la voz del usuario o se le pide al usuario que lo haga por escrito. Después de hacer una evaluación con el personal y/o el quejoso, se establecen las acciones necesarias para solucionar la queja si es que procede, se sigue el procedimiento administrativo **“Control de las no conformidades”** y/o el procedimiento administrativo **“Acciones correctivas y preventivas”**.

#### 4.9 Control de trabajos de ensayo no conformes.

4.9.1 En el laboratorio se considera como producto los resultados analíticos, por lo cual no existe producto no conforme si los equipos están dentro de control en el caso de usuarios internos, en el caso de usuarios externos se emite un informe de servicio en el cual se pueden identificar dos tipos de trabajo no conforme: las interpretaciones y la redacción y en esos casos se sigue el procedimiento administrativo **“Control de las no conformidades”**.

La política del laboratorio es controlar y evaluar los trabajos de ensayo no conforme (durante el análisis) y las no conformidades (en la parte administrativa) y de ser el caso, realizar nuevamente las determinaciones necesarias sin costo para el usuario en caso de que se requiera. Ver **“Control de las no conformidades”**. La política asegura que:

- a. Cualquier persona del laboratorio puede detectar una no conformidad y es responsable de informarlo a su jefe inmediato y al Responsable del sistema de calidad de manera que se tomen las acciones necesarias según el caso.
- b. Después de que se detecta una no conformidad se evalúa por el personal involucrado para tomar las acciones más adecuadas.
- c. Del grupo de trabajo se seleccionan las acciones a seguir de acuerdo con la no conformidad que se presentó y los criterios establecidos.
- d. Notificarlo al usuario en caso de requerirlo.
- e. El Jefe de la unidad y/o el Responsable del área de trabajo tienen la autoridad para reanudar un análisis de acuerdo con los resultados del equipo.

4.9.2 Cuando la evaluación indique que la no conformidad puede recurrir o si queda duda acerca del cumplimiento de la operación del laboratorio con las políticas preestablecidas y/o procedimientos aprobados, se siguen las acciones correctivas de acuerdo con el procedimiento administrativo **“Acciones correctivas y preventivas”**.

#### 4.10 Mejora

4.10.1 El laboratorio mejora continuamente la eficacia de su sistema de calidad mediante revisiones a su política de calidad, objetivos de calidad, resultados de las auditorías, datos del Sistema de calidad, al analizar las acciones correctivas, preventivas y las revisiones por la dirección.

Cuando se detectan oportunidades de mejora el laboratorio las registra en el programa de mejora continua.

#### 4.11 Acción Correctiva.

4.11.1 La política de la unidad es implementar las acciones correctivas necesarias para eliminar las causas que originan una no conformidad en el sistema de calidad o en desviaciones a los procedimientos en el sistema de calidad o en las operaciones técnicas. Ver ***“Acciones correctivas y preventivas”***.

4.11.2 Para hacer el análisis de la causa raíz se reúne a todo el personal involucrado en la no conformidad y se construye un diagrama de Ishikawa como medio en la solución del problema. Ver ***“Acciones correctivas y preventivas”***.

4.11.3 En el grupo de trabajo establecido para realizar el análisis de la causa raíz se identifican las acciones correctivas necesarias, se documentan y con base en ellas se elige e implementa la acción más adecuada para eliminar el problema y prevenir la recurrencia.

4.11.4 El Responsable del área de trabajo, en el aspecto técnico, y el Responsable del sistema de calidad, en el aspecto administrativo, son los responsables del seguimiento de los resultados de las acciones correctivas y su evaluación en la eficacia de las mismas.

4.11.5 Cuando la identificación de no conformidades o desviaciones ocasione dudas en el cumplimiento del laboratorio con sus propias políticas o procedimientos, o en su cumplimiento con el proyecto de norma ***“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios”*** el Responsable del sistema de calidad programa una auditoría al área correspondiente.

#### 4.12 Acción Preventiva.

4.12.1 El personal del laboratorio es el encargado identificar las mejoras necesarias y las potenciales fuentes de no conformidades ya sean técnicas o referentes al sistema de calidad. Una vez identificadas, se hace una evaluación por parte de un grupo de trabajo conformado por el personal involucrado para que con base en los resultados se tomen las acciones preventivas apropiadas y tomar ventaja de las oportunidades de mejora, mismas que se incluyen en el

programa de mejora continua.

4.12.2 Para la implementación, inicio y aplicación de acciones correctivas y preventivas se establece el procedimiento administrativo **“Acciones correctivas y preventivas”**.

#### 4.13 Control de Registros

##### 4.13.1 Generalidades.

4.13.1.1 La unidad establece el procedimiento administrativo **“Control de documentos y registros”** el cual especifica cómo se identifica, colecta, accesa, archiva, almacena, mantiene y dispone los registros técnicos y de calidad. Los registros de calidad incluyen informes de auditorías internas, revisiones de la dirección, control de las no conformidades, acciones correctivas y preventivas.

4.13.1.2 Todos los registros son legibles, almacenados y retenidos de forma fácilmente recuperable; los registros técnicos se localizan en las áreas de trabajo en las bitácoras de trabajo correspondientes y bajo el resguardo del Responsable del área. Mientras que los registros de calidad los resguarda el Responsable del sistema de calidad. En todos los casos se evita el daño o deterioro y se previene de pérdidas. El tiempo de retención de los registros es de 5 años, los primeros 2 en el sitio de uso y los 3 restantes en el archivo muerto. En el caso de las bitácoras de trabajo los 5 años se resguardan en el sitio de uso, mientras que los formatos de solicitud de análisis de muestras se resguardan por un año en el sitio de uso y después se desechan.

4.13.1.3 Todos los registros son mantenidos en forma segura y confidencial en el lugar establecido por cada uno de los responsables de área.

4.13.1.4 El laboratorio no mantiene registros en forma electrónica, todos sus registros con validez están impresos.

##### 4.13.2 Registros técnicos

4.13.2.1 El laboratorio mantiene por un periodo de 5 años los registros técnicos (bitácoras del personal, equipo, etc.) de las observaciones originales, los datos derivados y suficiente información para tener rastreabilidad en una auditoría, registros de calibración, registros de personal y una copia de cada informe de análisis emitido. Los registros para los análisis, tienen la información para facilitar, si es posible, la identificación de factores que afectan la incertidumbre y para permitir que el análisis se repita bajo condiciones lo más cercanas posible a la original. Los registros incluyen la identificación del personal responsable de la ejecución de cada análisis y de la comprobación de resultados. Ver procedimiento **“Control de documentos y registros”**.



4.13.2.2 El personal del laboratorio registra las observaciones, datos y cálculos en el momento en que se hacen y son identificables al análisis específico.

4.13.2.3 Cuando ocurren equivocaciones en los registros, cada error se cruza con una línea diagonal y el valor correcto se inserta a su lado, se incluye la rubrica de la persona que efectuó la corrección. El laboratorio no guarda registros técnicos en electrónico, en el caso de los resultados analíticos para los usuarios internos se les entrega un impreso y/o en forma electrónica y después de entregados los responsables de área no se hacen responsables del archivo. Para los usuarios externos los resultados analíticos van incluidos en sus informes de servicio, el laboratorio guarda una copia de cada informe de trabajo.

4.14 Auditorias Internas.

4.14.1 La unidad cuenta con el procedimiento ***“Auditorias Internas”*** en cual establece un programa anual de auditorias internas, con el objetivo de verificar el cumplimiento con los requisitos del sistema de calidad y del proyecto de norma *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios.”*

El programa de auditorías internas se dirige a todos los procesos del sistema de calidad. El responsable del sistema de calidad planea y organiza las auditorías solicitadas por la dirección de acuerdo con el programa de auditorías internas. Tales Auditorías las efectúa personal entrenado y calificado, el cual siempre es independiente de la actividad a ser auditada.

4.14.2 Cuando los hallazgos de las auditorías provoquen dudas acerca de la efectividad de las operaciones o de la validez de los resultados de análisis, el Responsable del laboratorio efectúa oportunamente las acciones y/o correcciones y/o acciones correctivas, cuando aplique, siguiendo el procedimiento correspondiente e informa a la jefatura así como al Responsable del sistema de calidad, de ser necesario, notifica en forma conjunta con la Jefatura o con el Responsable del sistema de calidad a los usuarios por escrito o correo electrónico si es que se demuestra que los resultados pudieron haber sido afectados.

4.14.3 Las áreas en las cuales las operaciones afectan la calidad se evalúan al menos una vez al año como se indica en el programa de auditorias internas. Dentro de los objetivos de las evaluaciones se busca examinar la adecuación de los procedimientos y si realmente se están siguiendo. Los hallazgos son reportados y registrados.

4.14.4 Los hallazgos derivados de las auditorias, son registrados y conservados. Todos estos registros los guarda el Responsable del sistema de calidad.

4.14.5 Las actividades de seguimiento de las auditorías se verifican por el Responsable del sistema de calidad junto con los auditores internos, efectuando el registro de la implementación y

efectividad de las acciones correctivas tomadas.

#### 4.15 Revisiones por la dirección.

4.15.1 De acuerdo con el calendario y el procedimiento de auditorías internas, la dirección conduce anualmente una revisión del sistema de calidad y de las actividades de análisis, para asegurar su eficacia, operación, control y planificación de los procesos y para introducir los cambios o mejoras necesarios. La revisión toma en cuenta los siguientes puntos:

- a. Adecuación de políticas y procedimientos;
- b. Logros técnicos y experiencia generada, metas, objetivos y resultados de los laboratorios;
- c. Desempeño de los procesos y conformidad del servicio analítico así como problemas ocurridos y la manera en que se solucionaron;
- d. Consecuencias de los resultados para el laboratorio y para la USAI, presupuestos, tiempos de entrega, etc.;
- e. Informes de los Responsables de las áreas de trabajo y de la supervisión;
- f. Informe de auditorías internas recientes;
- g. Estado de las acciones correctivas y preventivas;
- h. Evaluaciones por organismos externos;
- i. Cambios en el volumen y tipo del trabajo;
- j. Retroalimentación del usuario;
- k. Satisfacción del cliente;
- l. Quejas;
- m. Recomendaciones para la mejora;
- n. Otros factores pertinentes, tales como las actividades de control de calidad, recursos y capacitación del personal.

4.15.2 Todos los hallazgos de las revisiones de la dirección y las acciones que se deriven se registran en el formato "**Revisiones por la dirección**", estos incluyen mejoras en la eficacia del sistema de calidad, en los procesos, en el producto y en las necesidades de la unidad. El Responsable del sistema de calidad verifica que las acciones acordadas se implementen dentro de los tiempos acordados.

4.15.3 La Unidad no se somete a revisiones externas más que en auditorías.

4.15.4 Durante el progreso de los análisis no se realiza modificación en el curso de los análisis

excepto que se demuestre que los equipos están fuera de control, en este caso solo se reanaliza la muestra bajo condiciones adecuadas.

## 5. Requisitos técnicos.

### 5.1. Generalidades.

5.1.1. La Unidad dentro de sus actividades de investigación y desarrollo de metodologías analíticas así como de análisis no rutinarios se consideran ciertos criterios generales que determinan la validez de sus resultados. Estos criterios incluyen contribuciones de:

5.1.1.1. Requisitos del cliente. La unidad y los clientes previo al envío de muestras acuerdan el objetivo del servicio, el cliente recibe suficiente información analítica de manera que sea claro el problema y estén claros los requisitos tanto analíticos como los del cliente.

5.1.1.2. Métodos y equipos. Los métodos desarrollados por los laboratorios de la unidad son validados previos a su uso mediante el análisis de estándares o de sustancias de referencia, los equipos son adecuadamente calibrados y verificados de acuerdo a sus características.

5.1.1.3. Personal. El personal que afecta el resultado es contratado de acuerdo a un perfil en específico, donde se considera principalmente su formación, experiencia y logros lo cual garantiza su competencia técnica. Ver procedimiento. Ver **“Perfil de puestos”**.

5.1.1.4. Consistencia en las mediciones. La unidad verifica los resultados por varios controles de calidad entre los que destacan el análisis de materiales de referencia, monitoreo de los equipos por gráficos de control y supervisión del personal por el responsable del sistema de calidad o por la jefatura.

5.1.1.5. La Unidad no cuenta con unidades móviles, los equipos están organizados por áreas las cuales son únicas.

5.1.1.6. Aseguramiento y control de la calidad. Las metodologías analíticas desarrolladas por la USAI son debidamente documentadas y controladas generándose procedimientos técnicos específicos. El control de las actividades del laboratorio son evaluados principalmente por auditorias internas y externas. Ver procedimiento de **“Auditorias”**.

5.1.2. La Unidad considera los factores que afectan el desarrollo correcto y confiable de las mediciones efectuadas en sus instalaciones para ello se consideran contribuciones de:

- a. Diseño del Proyecto y plan de investigación.
- b. Factores humanos

- c. Instalaciones y condiciones ambientales
- d. Métodos de análisis y calibración y validación de métodos
- e. Equipos
- f. Trazabilidad de la medición
- g. Manipulación de las muestras para el análisis

5.1.3. Los factores antes mencionados contribuyen a la incertidumbre total de la medición en diferente grado en los distintos tipos de análisis que se efectúan en cada uno de los laboratorios que integran la unidad, por lo que se toman en cuenta en el desarrollo de los métodos y procedimientos de análisis, en la capacitación y calificación del personal y en la selección y calibración del equipo que se utiliza.

## 5.2 Pruebas analíticas y plan de investigación.

### 5.2.1 Definición de las pruebas y diseño del proyecto

5.2.1.1 La unidad ha generado diversas metodologías analíticas denominados procedimientos técnicos, los cuales se enumeran en el objeto y campo de aplicación de este manual, estos métodos están diseñados para que se pueda analizar entre el 80% y 90% de las solicitudes de análisis, el porcentaje restante de las muestras que no pueden realizarse con base en el procedimiento técnico se analizan bajo el criterio de los analistas y su experiencia en el tema, para lo cual se documenta detalladamente y se valida la información generada. La unidad deja en claro ante el cliente sus requisitos con base a la capacidad de los laboratorios, cuando existe alguna diferencia entre los requisitos del cliente y los de la unidad se documenta en la solicitud de análisis, en caso de que la unidad tenga la capacidad analítica se procede con el análisis y en caso contrario se termina el servicio a menos que el cliente se limite a la capacidad de la unidad.

5.2.1.2 Para la generación de los procedimientos técnicos se toma en consideración:

- a. Naturaleza del problema a resolver.
- b. Objetivos y propósito de los resultados.
- c. Tipo de producto-materia-matriz a ser analizada y mecanismos de seguridad en las pruebas.
- d. Procedimientos de muestreo. No aplica para la unidad.
- e. Metodología.
- f. Exactitud requerida así como criterios de aceptación y rechazo.
- g. Validación (MRC, estándares de calibración).

- h. Recursos (personal e instrumentación).
- i. Acuerdos de subcontratación de laboratorios. No aplica para la unidad.
- j. Requisitos de almacenamiento.

La unidad no realiza proyectos de investigación “*tradicionales*”, la principal función de la unidad es el apoyo a la investigación por medio de análisis no rutinarios para ello se cuenta con un presupuesto anual administrado por la jefatura, los costos de análisis para usuarios internos y externos son definidos de igual forma por el jefe y autorizados por la dirección de la facultad, la propiedad intelectual generada la definimos en dos partes, información analítica y resultados, los resultados son propiedad del cliente, pero las metodologías para la obtención de los resultados son propiedad de la unidad de tal forma que el cliente podrá recibir asesoría en sus resultados y la manera de interpretarlos, pero no podrá acceder a los protocolos internos.

5.2.1.3 Cuando se el usuario tiene poca cantidad de muestra, se le sugieren métodos que requieran la menor cantidad de muestra en el caso de que no se pueda cambiar el método el análisis se realiza con la menor cantidad de muestra posible, en caso de que no sea suficiente para el análisis se le notifica al cliente, en los laboratorios donde se realiza duplicado de análisis como control de calidad solo se realiza un análisis.

## 5.2.2 Diseño del proyecto y plan de investigación.

5.2.2.1 La estrategia de operación es diferente para cada laboratorio, en el caso de Análisis Elemental se tiene que reunir para usuarios internos mínimo 10 muestras sin importar sus características es decir, sólidos o líquidos, con o sin Flúor y/o azufre. El tiempo de entrega de las muestras es de máximo 5 días hábiles dependiendo de las muestras en espera, para lo cual se considera que en un día de trabajo se podrán analizar entre 10 y 12 muestras. En el caso de usuarios externos se establece un tiempo de entrega en común acuerdo con el cliente en la cotización del servicio.

5.2.2.2 La unidad cuenta con un sistema de control de calidad documentado con base en las normas ISO 17025, ISO9001 y por el proyecto “*Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios*”.

5.2.2.3 Cuando por alguna razón se tenga que detener el análisis, cambiar la solicitud del servicio o tomar una acción importante que afecte los resultados, el cliente estará considerado en la toma de decisiones.

## 5.2.3 Dirección de las Pruebas.

5.2.3.1 Cuando algún cliente solicite un análisis que involucre el trabajo de varias áreas se le solicita al cliente muestras para cada laboratorio y se procede al análisis de manera aislada, cada área entrega un informe de resultados, en caso de que el cliente solicite una interpretación que involucre el trabajo de varias áreas, se genera un informe en común acuerdo con las áreas participantes, para lo cual es responsabilidad de las técnicas involucradas. Es responsabilidad de la jefatura dirigir una reunión que tenga como finalidad la interpretación y generación del reporte solicitado por el cliente.

#### 5.2.4 Planeación.

5.2.4.1 La unidad se organiza de manera que cada laboratorio designa las técnicas analíticas y la capacidad de las mismas, de manera que cualquier déficit analítico o instrumental se aclara previamente con el cliente, el cual acepta o no las condiciones de análisis que el laboratorio ofrece, en caso de que la experiencia del personal permita desarrollar nuevos métodos el cliente es informado y tomado en cuenta para el análisis de sus muestras, el cliente autoriza por escrito al laboratorio para efectuar sus pruebas. Los costos son establecidos dependiendo el tiempo de uso de equipos, el personal del laboratorio puede realizar una prueba de análisis de manera que permita realizar una cotización del servicio, la cual debe de aceptar el cliente previo al análisis formal de sus muestras. En la cotización se agenda el tiempo de entrega y/o avances del servicio.

#### 5.2.5 Progreso de revisión y monitoreo del trabajo.

5.2.5.1 El monitoreo del trabajo en las áreas se realiza por conteo de los servicios por trimestre, tiempo de entrega promedio de los servicios, el cual es notificado al departamento de control de calidad así como a la jefatura, el uso de consumibles se notifica a la jefatura de manera que se pueda proveer el servicio ininterrumpidamente y por el logro de las metas y objetivos planteados.

5.2.5.2 Al final del año se integra un informe de actividades dirigido a la jefatura de la unidad, donde se informa principalmente sobre el cumplimiento de los objetivos y metas planteados por área, así como de los principales logros y dificultades presentadas en el año.

5.2.5.3 Los registros de calidad (Bitácoras, informes, observaciones y equipos), son revisados periódicamente por el responsable del sistema de calidad o por la jefatura los cuales verifican que el nivel de los registros sea acorde a las exigencias de la técnica.

### 5.3 Personal

5.3.1 El Jefe de la unidad asegura la competencia del personal al comparar los perfiles de puesto contra el curriculum vitae, de igual manera se asegura que el personal cuenta con la competencia técnica para operar los equipos, evaluar los resultados y firmar los informes de servicio. Una vez aprobado el personal de nuevo ingreso, se sujeta a los procesos de contratación y promoción

establecidos en el Estatuto del personal académico de la UNAM, proceso al cual también se somete el personal existente. El personal de nuevo ingreso es supervisado en el desarrollo de las determinaciones analíticas en el ámbito de su competencia por el Responsable del área de trabajo.

5.3.2 La jefatura de la unidad autoriza al personal a proponer cursos de actualización en sus respectivas áreas de trabajo o en potenciales necesidades académicas, los cursos propuestos son informados al responsable del sistema de calidad. Una vez finalizado el curso el personal involucrado emite un informe sobre el impacto de la capacitación y/o actualización. El personal deberá tomar al menos un curso al año para considerar que se encuentra actualizado en el área de trabajo o a fin a sus labores.

5.3.3 La unidad dispone de personal que esta bajo contrato con la UNAM, el personal de nuevo ingreso se somete al proceso de supervisión descrito en el punto 5.3.1.

5.3.4 La unidad mantiene descripciones actualizadas de los puestos para el personal directivo, técnico y de soporte clave, involucrado en los análisis, las cuales están contenidas en el documento de ***“Descripción de perfil de puestos y Responsabilidades”***. El responsable del sistema de calidad guarda una copia con el curriculum vitae del personal del laboratorio.

5.3.5 El Jefe de la USAI autoriza al personal que efectúa tipos especiales de análisis, expide informes de las pruebas, emite opiniones e interpretaciones y opera tipos particulares de equipos, basándose en la evaluación de su capacidad y de las pruebas a las que se sujeta, así como a la capacitación que recibe. Todo ello integrado en un expediente respectivo, evidencia que se encuentra disponible en la Unidad de Aseguramiento y Control de Calidad, la fecha de autorización es cuando firma el contrato correspondiente con la UNAM.

5.3.6 El personal de la Unidad al formar parte de la docencia de la universidad, en todo momento mantiene sus actividades académicas actualizadas las cuales van desde la recopilación de información hasta la revisión de proyectos y trabajos de tesis. La asistencia a cursos de actualización se describe en el punto 5.3.2.

#### 5.4 Instalaciones y condiciones ambientales.

5.4.1 Las instalaciones que la Unidad destina para los análisis facilitan la correcta ejecución de las determinaciones, incluyendo sin limitarse a, los espacios de trabajo, los equipos (hardware y software), las fuentes de energía, iluminación y otros parámetros importantes. La temperatura y humedad necesarias para la operación adecuada de los equipos (según lo indica los diferentes manuales de operación de los instrumentos), en las diferentes áreas de trabajo son las siguientes:

Tabla 2. Condiciones de humedad y temperatura de las diferentes áreas de la USAI.

AREA	EQUIPO	TEMPERATURA ( °C)*	HUMEDAD RELATIVA (%)*
AA	Absorción atómica	10 a 35	8 a 80
AE	Analizador elemental	10 a 35	20 a 80 %
	Espectrómetro de FRX	No se ve afectado	
AT	DSC 821	10 a 32	20 a 80
	TGA/ SDTA 851	10 a 31	20 a 80
DM	Difractómetro	14 a 34	Menor del 80
DP	Difractómetro	14 a 34	Menor del 80
EM	Tiempo de vuelo	15 a 26	20 a 80
	Doble sector	15 a 26	30 a 70
IR	Infrarrojo	10 a 35	Menor del 70
	UV/ Visible	15 a 30	10 a 75
LM	Transmisión	15 a 25	60
	Barrido	15 a 25	60
	Estereoscopico	18 a 28	Menor del 80
	Fluorescencia	18 a 28	Menor del 80
	Confocal	18 a 28	Menor del 80
RE	Reómetro	5 a 40	Menor del 80
RM	400 y/o 300 MHz	17 a 24 ± 1	20 a 80
RP	Espectrómetro de EPR	No se ve afectada	

Fuente: Elaboración propia

5.4.2 El laboratorio al operar según lo indicado en los manuales de operación de los equipos se asegura que los resultados no se invalidan ni se compromete su calidad. La unidad no realiza muestreo, el registro de las condiciones ambientales se realiza en las bitácoras de trabajo de cada área.

5.4.3 Para los laboratorios de espectrometría de masas, microscopia y resonancia magnética nuclear es recomendado llevar un registro de temperatura y humedad para el control ambiental, las áreas restantes monitorean las condiciones ambientales una vez por semestre, para lo cual se monitorea durante una semana. Los Responsables de área pueden detener los análisis cuando las condiciones ambientales comprometan los resultados de las determinaciones.

5.4.4 Cada una de las áreas de trabajo se encuentran delimitadas y cuentan con una separación efectiva entre áreas adyacentes, en las que se realizan análisis incompatibles, tomándose medidas para evitar contaminación cruzada.



5.4.5 El acceso a personas ajenas es controlado a través de un interfón en la entrada principal, cada una de las áreas de trabajo restringe la entrada a personal no autorizado y se lleva un registro de entrada, ver **bitácora de control de entradas y salidas**.

5.4.6 La limpieza de las áreas de trabajo se realizan de manera cotidiana por el personal asignado por la Facultad de Química y esta actividad se registra en el formato de registro del aseo.

5.5 Métodos de ensayo y validación de los métodos.

5.5.1 Generalidades

5.5.1.1 Los laboratorios aplican métodos y procedimientos técnicos apropiados para todos los análisis dentro de su alcance. Éstos incluyen manejo y almacenamiento de las muestras que serán analizados y cuando sea apropiado, una estimación de la incertidumbre de la medición, así como también las técnicas estadísticas para el análisis de los resultados.

5.5.1.2 Cada una de las áreas de trabajo cuenta con los manuales para el uso y operación de todo el equipo relevante. Todas las instrucciones, normas, manuales y datos de referencia relevantes para el trabajo del área correspondiente están actualizados y disponibles al personal.

5.5.1.3 Los Responsables de las áreas de trabajo y analistas no hacen desviaciones a los procedimientos técnicos que tienen implementados y antes de cualquier modificación se documenta y actualiza el procedimiento técnico correspondiente, el registro se lleva a tal detalle que hacen fácilmente rastreable el trabajo realizado en cada una de las áreas.

5.5.2 Selección de los métodos.

5.5.2.1 El laboratorio informa a sus clientes de la metodología a seguir y si existe alguna desviación o no, previo al análisis de las muestras, dicha información se describe en la cotización así como en el informe de resultados.

5.5.2.2 La Unidad tiene 18 procedimientos técnicos con los que se cubren las necesidades analíticas del 80% - 90% de las muestras que se reciben y se siguen tal cual. Sin embargo, cuando llegan muestras con un comportamiento diferente, el procedimiento técnico establecido no permite su análisis, se desarrollan los métodos adecuados con previa autorización de la jefatura y de común acuerdo entre la Unidad y el usuario; para efectos del sistema de calidad esta parte se documenta lo mas detalladamente posible en las bitácoras de manera que se pueda reproducir en un futuro el análisis.

El Responsable del área de trabajo registra las condiciones del nuevo método en la bitácora de trabajo, incluyendo todas las pruebas y resultados que demuestren que se obtuvieron los resultados esperados. Esta información incluye los requisitos iniciales y objetivo del análisis,

información proveniente de diseños previos similares (cuando aplique) y al obtener los resultados verificar que se haya cumplido con los objetivos y requisitos.

5.5.2.3 El Responsable del área de trabajo informa al usuario cuando el método que propone aplicar es considerado inapropiado u obsoleto; ya que los laboratorios procuran efectuar sus análisis sólo con métodos actualizados y que se cumpla el objetivo de análisis establecido por el usuario.

5.5.3 Métodos desarrollados por el laboratorio.

5.5.3.1 Por el tipo de servicios analíticos que realiza la Unidad, las áreas de trabajo desarrollan frecuentemente métodos a solicitud de algún usuario interno o externo, además de los publicados en normas internacionales, regionales o nacionales o por organizaciones técnicas reconocidas. Estos métodos son validados de acuerdo con lo especificado en cada laboratorio (ver sección 5.4.5).

5.5.4 Métodos no normalizados.

5.5.4.1 Cuando los laboratorios aplican este tipo de métodos, previo acuerdo con el usuario, se registra de manera clara los requisitos del usuario y del propósito del análisis; además se monitorea el buen funcionamiento de los equipos a través de verificaciones internas y controles de calidad como lo es el uso de gráficas control obtenidas por el análisis de muestras control.

5.5.5 Validación.

5.5.5.1 Durante la validación las áreas de trabajo de la USAI confirman por examen y provisión de evidencia objetiva de que los métodos cumplen con los requisitos particulares para un uso específico propuesto. Las técnicas que se utilizan en las áreas de trabajo son de carácter cualitativo, semicuantitativo y cuantitativo, por lo cual en cada tipo de prueba se realiza la validación correspondiente con los parámetros necesarios. Cada laboratorio demuestra que sus determinaciones están en control por lo descrito en sus procedimientos técnicos.

5.5.5.2 Las gráficas control aseguran que los resultados analíticos se encuentran dentro de las especificaciones del equipo por lo que se asume que el cliente recibe resultados confiables.

5.5.6 Estimación de la incertidumbre.

5.5.6.1 En las técnicas analíticas cualitativas y semi cuantitativas la estimación del cálculo de incertidumbre no se realiza y solo se consideran las fuentes de incertidumbre, mientras que en las técnicas que son cuantitativas se realiza el cálculo de acuerdo con lo establecido en la normatividad, cada área tiene su procedimiento correspondiente.

5.5.6.2 Cuando se estima la incertidumbre se toman en cuenta todas las fuentes que contribuyen con la misma que sean de importancia para la situación y metodología dada usando métodos estadísticamente apropiados.

#### 5.5.7 Control de datos.

5.5.7.1 Los resultados emitidos por los equipos se consideran “datos crudos” en el caso de usuarios internos se entrega una copia, para usuarios externos se guardan los resultados en las bitácoras de trabajo, lo que permite en futuras revisiones controlar la transferencia de datos así como los cálculos. A través de las inspecciones por paseo que realiza la jefatura y el Responsable del sistema de calidad que verifica que los registros correspondan a lo descrito en los informes y en las bitácoras.

5.5.7.2 Cuando se utilizan computadoras o equipo automatizado para la adquisición, procesamiento, registro, informe, almacenamiento o recuperación de datos de análisis, los laboratorios se aseguran que:

- a. El software que se utiliza es comercial, por lo cual no se requiere de una validación exhaustiva, en el caso de su uso como hoja de cálculo, la validación se efectúa a través de la comparación con la página del NIST en [www.itl.nist.gov/div898/strd/lls/data/Norris.shtml](http://www.itl.nist.gov/div898/strd/lls/data/Norris.shtml).
- b. Las computadoras son de uso exclusivo del personal autorizado, el acceso a las mismas se protege a través de un password, los archivos generados son almacenados en formato pdf de modo que no se puede manipular un informe una vez concluido el mismo.
- c. Las computadoras de trabajo y de los equipos se someten a mantenimiento preventivo y limpieza mínimo 2 veces al año para asegurar un adecuado funcionamiento e integridad de los datos.

#### 5.6 Equipos.

5.6.1 Los equipos son adquiridos con base a aplicaciones en específico, las cuales son verificadas una vez instalados por los responsables de área, en el caso de nuevas aplicaciones, son probados usando muestras de control y/o empleando diferentes metodologías y comparando los resultados. La calificación de diseño, instalación y operación se da en cada una de las áreas.

5.6.2 La unidad cuenta con todos los elementos, equipos e instrumentos necesarios para las mediciones analíticas, procesamiento y análisis de los datos. Para aquellos equipos que se encuentran fuera de las instalaciones de la USAI se tienen las evidencias de su buen

funcionamiento (Laboratorio de microscopia y Reología), los registros están en cada una de las áreas de trabajo.

5.6.3 El equipo y el software empleados para el análisis han sido seleccionados para alcanzar la exactitud y precisión requerida en las especificaciones de los análisis. En el caso de balanzas analíticas y material volumétrico se cuenta con un programa de calibración, en cada área se tiene establecido un programa para realizar las verificaciones internas y mantenimiento cuando sea necesario. Cada laboratorio tiene su procedimiento técnico con el que se asegura el buen funcionamiento de los equipos. Antes de ser puesto en servicio, los equipos son verificados para comprobar que satisface los requisitos de la especificación del laboratorio y que cumple con las especificaciones de los estándares. En los casos correspondientes se verifica o calibra antes de su uso.

5.6.4 El equipo es operado por personal autorizado, las instrucciones sobre el uso y mantenimiento del equipo, están fácilmente disponibles para su uso dentro de los laboratorios y son las actuales.

5.6.5 El equipo utilizado para los análisis está debidamente registrado e identificado, en cada laboratorio se tiene una lista de inventario y expediente del equipo que se encuentra en el área.

5.6.6 La unidad no modifica equipos, sin embargo si puede operar los mismos fuera de la recomendación del fabricante o del alcance del método, en estos casos los equipos se verifican por mediciones de estándares o por compuestos de composición química y/o pureza conocida como medio de control de calidad en las mediciones.

5.6.7 En cada una de las áreas de trabajo además de tener una lista con el inventario de equipos también se tienen bitácoras en donde registra el uso del equipo y todas las observaciones y desviaciones, fallas encontradas, mantenimiento, así como los desperfectos sufridos y las acciones tomadas.

5.6.8 El Responsable del laboratorio es el encargado de asegurar la operación segura de los equipos de medición a su cargo, uso y elaboración de los programas de mantenimiento; con el fin de prevenir contaminación o deterioro, cada laboratorio tiene su procedimiento técnico en donde se describen los controles de calidad en los equipos.

5.6.9 El responsable del laboratorio tiene la obligación de controlar los equipos dentro de su área de trabajo, los equipos que queden fuera de servicio, por tener resultados sospechosos o fuera de los límites especificados se rotulan adecuadamente y se deja fuera de servicio hasta que se haya reparado y demostrado, que funciona correctamente.

5.6.10 Las balanzas analíticas que son calibradas, son etiquetadas para identificar el estado de calibración, incluyendo la fecha de la última calibración. Se realizan verificaciones intermedias con un marco de pesas para demostrar su buen funcionamiento entre calibraciones.

5.6.11 Cuando por cualquier razón, el equipo queda fuera del control directo del laboratorio, el Responsable del área de trabajo se asegura del buen funcionamiento del equipo antes de ser devuelto al servicio.

5.6.12 Las verificaciones internas son realizadas por el responsable o por el analista a los equipos de acuerdo con los procedimientos técnicos correspondientes y con la frecuencia que cada laboratorio determina en el **programa de mantenimiento interno**.

5.6.13 Las calibraciones son usadas para asegurar que el resultado de la medición es confiable, cuando existe una corrección el responsable del laboratorio verifica que se utilicen las versiones actualizadas, de igual manera el responsable del sistema de calidad se encarga de retirar los informes de calibración obsoletos.

5.6.14 Los equipos de análisis así como los equipos de cómputo se protegen con una contraseña de entrada, con lo cual se garantiza que están protegidos de ajustes que puedan invalidar los resultados de los análisis.

5.7 Trazabilidad en las mediciones.

5.7.1 Generalidades.

5.7.1.1 En los laboratorios que aplica, se tiene un programa de mantenimiento interno de los equipos así como un programa de calibración de balanzas analíticas y material volumétrico. Las balanzas son calibradas previo a su uso. La unidad no realiza muestreo por lo que no aplica esta parte del inciso.

5.7.2 Requisitos específicos.

5.7.2.1 Ensayos.

5.7.2.1.1 En los laboratorios de la unidad donde se realizan mediciones cuantitativas se utilizan balanzas analíticas calibradas por una entidad competente y se considera para la estimación del cálculo de incertidumbre. El calculo de incertidumbre de los equipos considera las principales fuentes de incertidumbre.

5.7.2.1.2 En los laboratorios no siempre es posible dar trazabilidad en el sistema internacional de unidades, en los casos donde se puede hacer se emplean materiales de referencia trazables, en el resto de las áreas se utilizan:

- a. Materiales de referencia
- b. Estándares de composición química conocida.
- c. Estándares con una pureza superior al 99.95%
- d. Caracterización por más de una técnica analítica.

5.7.2.1.3 La validación de los métodos empleados por la unidad se da por medio del uso de materiales de alta pureza caracterizados por más de una técnica analítica, así como por su caracterización por una técnica absoluta (análisis térmico), el uso de gráficos de control en los equipos permite la detección temprana de tendencias o anomalías y la estimación de la incertidumbre para las técnicas donde aplique (métodos cuantitativos).

5.7.2.1.4 Los métodos para la estimación de la incertidumbre y validación de los métodos desarrollados por la unidad consideran precisión y exactitud en las mediciones así como los límites de cuantificación, repetibilidad y reproducibilidad.

5.7.2.1.5 Los métodos desarrollados por la unidad son validados para satisfacer las necesidades del cliente y generar resultados confiables, en dicha validación cada uno de los responsables de área determina el grado de validación.

5.7.2.1.6 La unidad valida sus actividades por técnicas y por área, lo cual permite generar un mínimo de información en caso de que un usuario solicite servicios de varias áreas.

5.7.2.1.7 La validación final es por medio del análisis de estándares de alta pureza.

5.7.3 Materiales de referencia.

5.7.3.1 En los laboratorios que aplica, se cuenta con materiales de referencia trazables al sistema internacional de unidades, en las áreas donde no se cuentan o no son necesarios se emplean materiales de alta pureza, caracterizados por análisis térmico.

5.7.3.2 La unidad se encarga de la caracterización de sus propios estándares mediante análisis con diversas técnicas

5.7.3.3 Los estándares caracterizados en la unidad se analizan por análisis térmico, la cual es una técnica absoluta que nos permite conocer con certeza la pureza del material.

#### 5.7.4 Verificaciones intermedias.

5.7.4.1 Cada laboratorio cuenta con un programa de mantenimiento y calibración de materiales de referencia, los cuales son verificados una vez al año por medio de alguna de las técnicas: análisis térmico, espectroscopia de infrarrojo, espectrometría de masas, Resonancia Magnética Nuclear (al menos una). Las verificaciones intermedias pueden realizarse por el análisis de alguna o todas de las técnicas previamente mencionadas de acuerdo al programa que se asigne en el laboratorio.

#### 5.7.5 Transporte y almacenamiento.

5.7.5.1 El Responsable del laboratorio asegura la manipulación correcta y segura de los materiales de referencia a su cargo, transporte, almacenamiento y uso mediante la aplicación del procedimiento técnico del área.

### 5.8 Muestreo

5.8.1 La unidad tiene como política no llevar a cabo muestreo, por lo tanto se excluye el requisito 5.7 de la norma NMX-EC-17025-IMNC-última versión.

### 5.9 Manipulación de los ítems.

5.9.1 La unidad cuenta con los procedimientos: Procedimiento administrativo prestación del servicio analítico usuario externo y Procedimiento administrativo prestación del servicio analítico usuario interno en los cuales se describe la transportación, recepción, manejo, protección, almacenamiento, retención y/o disposición final de las muestras para su análisis, incluyendo todas las actividades necesarias para proteger la integridad de las muestras y para proteger los intereses de la unidad y de los usuarios.

5.9.2 Cada laboratorio cuenta con un sistema de identificación de muestras que consiste en asignar un número consecutivo por muestra. La identificación es retenida durante la permanencia de la muestra en el área de trabajo. El sistema está diseñado y operado de manera que las muestras no sean confundidas físicamente o cuando se haga referencia a ellas en los registros u otros documentos, los usuarios también les asignan una identificación para su control.

5.9.3 Al recibir las muestras para su análisis, el Responsable o analista revisan que las muestras cumplan con los requisitos establecidos en el documento de **Especificaciones para la solicitud de servicios analíticos**. Después de esta revisión se registra cualquier anomalía que se observe en las muestras. Cuando una muestra no esté conforme a la descripción prevista, o cuando el análisis requerido no esté especificado con suficiente detalle, la Jefatura o el Responsable del área de

trabajo se comunica con el cliente y aclara el análisis, se mantienen los registros de la comunicación entre el cliente y la unidad.

5.9.4 La unidad cuenta con procedimientos y con instalaciones adecuadas para evitar el deterioro, pérdida o daño de la muestra durante el almacenaje, manejo y preparación para el análisis; en el caso de ocurrir la pérdida o daño en la muestra el Responsable del área lo registra en la bitácora de trabajo y lo reporta a la Jefatura, se le comunica al usuario dicha situación para tomar en forma conjunta las decisiones adecuadas y acciones. Cuando las muestras tengan que ser almacenados bajo condiciones ambientales específicas, se les solicita a los usuarios que lo indiquen para que la unidad lo mantenga en las condiciones óptimas.

5.9.5 Las muestras se mantienen en el laboratorio hasta generar el informe de resultados con lo cual se entrega a la jefatura tanto el informe como el resto de la muestra para que sea entregada al cliente. La unidad no desarrolla pruebas de estabilidad por lo que esta parte del inciso no aplica.

5.10 Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo.

5.10.1 La unidad aplica metodologías de control de calidad interno, para garantizar la calidad de los resultados como son los siguientes:

- a. Uso de materiales de referencia o muestras control en cada laboratorio y elaboración de gráficas de control con los resultados analíticos.
- b. Participación en comparaciones íter laboratorio o programas de ensayos de aptitud, cuando lo haya disponible.
- c. En algunas de las áreas, los servicios analíticos se hacen por duplicado, triplicado o si es necesario se repite el análisis para garantizar la calidad del resultado obtenido.
- d. Uso de procedimientos técnicos para las verificaciones internas y mantenimiento sobre los equipos.
- e. Uso de histogramas de frecuencia para representar la información del análisis de la voz del usuario.

5.10.2 Con toda la información mencionada en el 5.10.1 de este manual se determinan criterios de aceptación para el aseguramiento de calidad de los resultados por laboratorio. La validez de los métodos se realiza por análisis de una muestra control, la cual se caracterizo por diversos métodos y/o técnicas.

5.10.3 De los resultados del análisis de la muestra control se construyen gráficas de control, lo que permite el monitoreo y control del método desarrollado, así como la verificación del funcionamiento de los equipos de análisis.



5.10.4 La unidad además de contar con un responsable del sistema de calidad tiene establecido un sistema de calidad basado en la norma ISO 9001 e ISO 17025, lo cual asegura la calidad de sus resultados hacia los clientes, cuerpos regulatorios y otros laboratorios.

5.10.5 La unidad mantiene un sistema de aseguramiento de la calidad formal basado en la certificación por el Instituto Mexicano de Normalización y Certificación (IMNC) en la norma ISO 9001 versión 2008 para el proceso de prestación de servicios analíticos para usuarios internos y externos.

La unidad no participa en Benchmarking, ranking de laboratorios, ni participa en la publicación de artículos científicos por lo que esta parte no aplica.

5.10.6 Hasta el momento los clientes no han solicitado revisiones a la unidad, sin embargo se toma en cuenta la opinión de los mismos. La unidad no realiza publicaciones. Ver 5.11.3.

5.11 Informe de resultados.

5.11.1 Generalidades

5.11.1.1 Los resultados de cada análisis, de series de análisis llevados a cabo, son informados de forma exacta, clara, objetiva, sin ambigüedad, y de acuerdo a lo especificado en los métodos de análisis, emitiendo un Informe de servicio que incluye toda la información requerida para el usuario externo y necesaria para la interpretación de los resultados de análisis, así como toda la información definida por el método aplicado.

5.11.1.2 Los resultados son reportados en informes para el caso de usuarios externos (Ver 5.11.2) el cual contiene toda la información necesaria para su uso e interpretación.

5.11.1.3 En el caso de usuarios internos, los laboratorios solo les entregan las impresiones o resultados obtenidos directamente de los equipos, pueden tener acceso a los resultados en forma electrónica, la unidad no se hace responsable del uso que le den a los mismos. No obstante, en las áreas de trabajo se mantiene la información relacionada con las mediciones efectuadas.

5.11.2 Informes de ensayos.

5.11.2.1 En los laboratorios se utiliza el **formato de Informe de servicio** para emitir el resultado de algún usuario externo, el cual tiene la siguiente información:

- a. Título: Informe de servicio y su clave.

- b. Escudo de la UNAM y logotipo de la USAI, 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 total o parcial sin la previa autorización por escrito de la USAI”*.
- d. Identificación única del informe, a través del número consecutivo correspondiente a la muestra a la cual se hace 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 y las condiciones de análisis.
- i. El número 4 incluye los resultados del análisis.
- j. El número 5, solo en el caso que lo soliciten, se refiere a la interpretación de los resultados.
- k. Al final del informe se incluyen el(los) nombre(s), función(es) y firma(s) o identificación equivalente de la(s) persona(s) que autorizan el informe de análisis y el visto bueno (VoBo) del Jefe de la USAI.
- l. Se anexa una nota con la siguiente información: Los resultados analíticos generados en la USAI tienen solo el alcance de la muestra entregada en nuestras instalaciones, por lo que no asumimos responsabilidad alguna por el origen de la misma.

5.11.2.2 En adición a la información del inciso anterior, dentro de la sección de resultados y para permitir la adecuada interpretación de los resultados de análisis, se incluyen:

- a. La declaración de la incertidumbre estimada de medición, cuando sea necesaria informarla;
- b. Adiciones o exclusiones del método de análisis y la información sobre las condiciones específicas del análisis, tales como las condiciones ambientales; cuando el usuario solicite un método en específico;
- c. Una declaración de conformidad o no conformidad con requisitos y/o especificaciones, cuando aplique;
- d. Información adicional que pueda ser requerida, ya sea por el método aplicado, por el (los) usuario(s) o grupos de usuarios.

5.11.2.3 No aplica, pues la unidad no realiza muestreo. En el informe de resultados se declara que la muestra analizada es responsabilidad del usuario.

5.11.3 Publicaciones, reportes y transferencia de tecnología.

5.11.3.1 La unidad al dar apoyo a la investigación no reporta directamente los resultados en publicaciones, licencias o patentes, la propiedad intelectual de la información generada en los servicios es de los usuarios y ellos son los responsable de la publicación de los resultados, excepto cuando existe un acuerdo entre el usuario y el laboratorio y cuando la información generada es sobre nuevas metodologías analíticas.

5.11.3.2 Si los datos generados aportan nuevo conocimiento en técnicas analíticas la unidad puede publicar las metodologías como mejor le convenga.

5.11.4 Opiniones e interpretaciones.

5.11.4.1 En los laboratorios de la unidad no se emiten opiniones ni interpretaciones en los informes de resultados, excepto cuando haya sido solicitado por el usuario y se identifica como tal en el informe.

5.11.5 Resultados de ensayos obtenidos de los subcontratistas.

5.11.5.1 La unidad tiene como política no realizar subcontrataciones por lo que esta parte no aplica.

5.11.6 Transmisión electrónica de resultados.

5.11.6.1 Los resultados se entregan personalmente en la oficina, en caso de urgencia de los usuarios, se les envían sus resultados en electrónico pero solo con carácter de informativo donde el único informe con valor oficial es el impreso y firmado, la unidad se asegura de que la información importante no sea modificable, los archivos son entregados en formato pdf y con los candados correspondientes.

5.11.7 Presentación de los informes.

5.11.7.1 La unidad cuenta con un formato para el informe de resultados, los cuales son presentados de forma clara tratando de evitar confusiones en los usuarios.

5.11.8 Modificaciones de los informes.

5.11.8.1 La unidad no acepta modificaciones de fondo a los informes de resultados debido al tipo de resultados que genera, mientras el equipo este bajo control. Cualquier objeción a las interpretaciones del informe se discutirán entre el usuario, la jefatura y el Responsable del área.

5.11.8.2 Si el usuario detecta una no conformidad en el informe el Responsable del área donde se detectó la no conformidad realizará el cambio correspondiente y se le adicionará al número de informe un guión seguido de una letra "c" para identificarlo como complemento. La unidad resguarda los dos informes.

## 4.2. Calificación del equipo de “Análisis Elemental”

### 0. Introducción.

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 [www.cenam.mx](http://www.cenam.mx)

El proceso de calificación del equipo de análisis elemental esta basado en cuatro etapas: Calificación de diseño, Calificación de Instalación, Calificación de Operación y finalmente Calificación de Desempeño.

El equipo de Análisis Elemental se encuentra ubicado en el laboratorio de fluorescencia de rayos X. El análisis elemental es una técnica que proporciona el contenido de carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre, presentes en un amplio rango de muestras de naturaleza orgánica e inorgánica tanto sólidas como líquidas. El resultado que se obtiene es un porcentaje relativo respecto al análisis de un estándar de composición conocida y el peso de la muestra analizada.

### 1. Objetivo.

Demostrar que el equipo de análisis elemental funciona adecuadamente para el uso previsto en el diseño, operación y desempeño así como demostrar el buen funcionamiento del instrumento en las instalaciones de la USAI.

### 2. Alcance.

El presente documento aplica para el equipo de análisis elemental por el método usado en la determinación de Carbono, Hidrogeno, Nitrógeno y Azufre que describe el manual del equipo y por las pruebas de verificación proporcionadas por el proveedor.

Datos del Instrumento:

Analizador Elemental marca: PerkinElmer

Modelo: 2400 series II CHNS/O Analyzer

Numero de serie: 241N9111721

Número de Inventario: 02306468 (Inventario UNAM).

### 3. Calificación de Diseño

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

Tabla 3. Requisitos generales para la adquisición del equipo de análisis elemental.

*Requisito USAI	Oferta PerkinElmer	Cumple	Observaciones
Determinación de C.H.N.S (0-100%)	Modo I. Cuantificación de C.H.N. Modo II. Cuantificación de C.H.N.S. Modo O. Cuantificación de Oxígeno.	Cumple	Se puede trabajar tanto en el modo I y II simultáneamente, lo que permite optimizar tiempos y costos.
Muestras sólidas y Líquidas	Análisis de sólidos y líquidos	Cumple	Capsulas específicas.
Precisión y exactitud $\leq 0.3\%$	Usando Helio: precisión 0.2% exactitud 0.3% Modo I precisión 0.2 exactitud 0.3% Modo II Usando Argon: precisión 0.3% exactitud 0.3% Modo I precisión 0.4% exactitud 0.3% Modo II	Cumple  No cumple	Usar Helio de alta pureza para cumplir con el requisito
Principio de operación por combustión flash	Principio por combustión seguido de separación cromatografiada y detección por conductividad térmica	Cumple	No ofrece visualización de los cromatogramas
Software de trabajo compatible con Windows	Software EA Data Manager compatible con windows	Cumple	
Porta muestras para 50 análisis	Auto muestreador para 60 análisis	Cumple	Carrusel
Tamaño de muestra a analizar de 1 a 100 mg	Capacidad de análisis de entre 0 y 500mg dependiendo la naturaleza de la muestra	Cumple	Capsulas de estaño diversas dependiendo la cantidad de muestra a analizar.
Manual de operación del equipo	Manual de usuario 2400 series II CHNS/O	Cumple	Impreso
Manual de operación del software	Manual de usuario EA 2400 Data Manager	Cumple	Versión electrónica
Disponibilidad de consumibles	Kit de Inicialización consumibles con la marca disponibles en México	Cumple	
Servicio técnico y de soporte	Soporte técnico con la marca disponible en México	Cumple	

\*Para mas detalles consultar el catalogo del equipo y las cotizaciones.

### 4. Calificación de Instalación

El equipo de análisis elemental se instaló el 03 de febrero de 2010 por personal autorizado por la marca (Ing. Jaime López como ingeniero de servicio), el equipo permaneció empacado y sellado hasta que el técnico de servicio y los analistas del laboratorio comenzaron a revisar y verificar el contenido de las cajas. Las condiciones de instalación se resumen a continuación:

Tabla 4. Condiciones de instalación y verificación del contenido de cajas

Requisito USAI	Oferta PerkinElmer	Cumple	Observaciones
Entrega de todas las partes del equipo en buen estado.	Desempaque por el técnico de servicio. Todas las partes cumplen	Cumple	Se superviso la apertura de las cajas, llegaron todas las piezas y componentes.
Instalación adecuada del equipo por personal autorizado	Instalación por El Ing. Jaime López	Cumple	Representante de la marca.
Documentación completa	Manuales, certificados de operación y aprobación en planta	Cumple	La documentación esta parcialmente completa, faltan procedimientos de verificación.
Equipo de computo y software	Equipo lenovo, impresora y software con licencia.	Cumple	Ninguna
Catalogo de consumibles	Catalogo de consumibles y servicio al cliente	Cumple	Ninguna
Información de seguridad y protección del equipo.	Información en el manual del equipo.	Cumple	Información dentro del manual del equipo.
Voltaje	220 volts	Cumple	Línea base constante
Requisito USAI	Oferta PerkinElmer	Cumple	Observaciones
Líneas de gases	Entradas de gases de Helio, Oxígeno y Aire	Cumple	Ajuste de presiones según el manual del equipo.
Línea de humedad	No es necesaria para el correcto funcionamiento	Cumple	Se elimino la trampa de humedad.

Nota: Para mas detalles consultar la bitácora del equipo en fecha 03/02/2011 y los informes de instalación del Ingeniero Jaime López.

#### 5. Calificación de operación

Para demostrar que el instrumento funciona de acuerdo a la especificación operacional se consideran los requisitos y métodos proporcionados por el fabricante así como las pruebas realizadas por el ingeniero Jaime López, las pruebas se resumen a continuación:

Tabla 5. Resultados pruebas de operación.

Requisito USAI	Oferta PerkinElmer	Cumple	Observaciones
Evaluación en Fabrica	Evaluación por J. Boulton el 18/11/2009 vs las especificaciones del equipo y los resultados del instrumento	Cumple	Se entrego el informe con las pruebas iniciales del equipo. Ver bitácora de equipo 03/02/10 para mas detalles.
Evaluación en sitio de uso	Evaluación por el Ing. Jaime López una vez concluida la instalación del equipo	Cumple	El equipo opera correctamente, los resultados no son 100% satisfactorios debido a que falta tiempo de estabilización

A continuación se describen los resultados de los análisis realizados por el ingeniero de servicio así como las características operacionales del instrumento.

Tabla 6. Pruebas iniciales de operación.

Ajuste de fecha y hora	OK	Temperatura de reducción	501°C		
Numero de análisis por hacer	250	Temperatura de horno	82.2°C		
Receptáculo de cenizas	250	Modo	CHNS		
Temperatura de combustión	975°C	Blancos	normales		
Resultados					
Corrida	Carbono	Nitrógeno	Hidrogeno	Azufre	Aceptación
Blanco	10816	8253	-718	6	-
Blanco	-222	1596	-224	409	-
Blanco	-230	842	-215	263	-
Blanco	-218	572	-198	222	-
Ace1	33.85	5.60	10.98	30.28	-
Blanco	-165	395	-152	196	-
Ace2	33.72	5.42	12.91	30.26	-
Blanco	-152	279	-145	175	-
K1	17.700	50.298	6.338	8.164	-
K1	17.680	50.861	6.292	8.231	-
K1	17.672	50.526	6.316	8.245	Cumple
CYS	30.05	5.05	11.76	26.83	Cumple
CYS2	30.15	5.12	11.88	26.86	Cumple
CYS3	30.01	5.08	11.79	26.42	Cumple
CIS AE	30.45	4.29	12.72	25.75	No cumple
CIS AE	30.47	4.35	13.39	25.97	No cumple

El ingeniero de servicio, considera que el tiempo de estabilización es un factor importante por lo cual los estándares internos no cumplen, la verificación de operación se considera aceptada ya que todos los componentes del instrumento funcionan correctamente y se obtuvieron resultados en el día de trabajo.

Se realizaron múltiples pruebas para verificar el comportamiento del equipo, las cuales están descritas a detalle en la bitácora del equipo, los análisis se realizaron por el personal del laboratorio. Se presenta un ejemplo de resultados del día 03 de marzo de 2010.



Tabla 7. Resultados de análisis de estándares

Resultados					
Corrida	Carbono%	Nitrógeno%	Hidrogeno%	Azufre%	Aceptación
ACET PE3	71.29	6.57	10.67	0.62	Cumple
ACET PE2	71.23	6.37	10.51	0.57	Cumple
ACET PE3	71.12	6.55	10.49	0.69	Cumple
CYSTIN	29.93	4.86	11.39	26.89	Cumple
CYSTIN2	29.95	4.88	11.44	26.62	Cumple
CYSTIN1	29.97	4.94	11.58	26.90	Cumple

El procedimiento de verificación de los parámetros instrumentales del equipo hasta este momento han consistido en la revisión de los porcentajes experimentales obtenidos por el equipo versus los porcentajes teóricos de los estándares utilizados, sin embargo previo a la verificación de los resultados el proveedor del equipo nos proporciono un protocolo de verificación, las pruebas realizadas se resumen ha continuación:

Numero de serie: 241N91117221 Fecha de prueba: 03 MARZO 2010

Realizo: M en C. Nayeli López y QFB. Víctor Lemus.

Tabla 8. Pruebas de Arranque

Tiempo de estabilización 2.5 horas.	OK
Temperatura de combustión 975°C	OK
Temperatura de Reducción 501 °C	OK
Presión Helio 20 psi	OK
Presión Oxígeno 15 psi	OK
Presión Aire 60 psi	OK
Purga Helio 120 segundos	OK
Purga Oxígeno 60 segundos	OK
Criterio	Cumple

Tabla 9. Criterio de aceptación para la precisión de blancos instrumentales.

Blancos	Especificación	Experimental	Criterio
Carbono	± 30 cuentas	± 15 cuentas	OK
Hidrogeno	± 100 cuentas	± 45 cuentas	OK
Nitrógeno	± 16 cuentas	± 2 cuentas	OK
Azufre	± 20 cuentas	± 5 cuentas	OK

Tabla 10. Registro de resultados de análisis de blancos instrumentales

Corrida	Carbono cuentas	Hidrogeno cuentas	Nitrógeno cuentas	Azufre cuentas
Blanco	-19	595	-17	74
Blanco	-29	326	-26	69
Blanco	-2	264	-24	79
Blanco	-2	237	-26	77

Nota: el primer valor se descarto pues según el ingeniero de servicio los primeros análisis sirven para que se establezca el equipo.

Tabla 11. Criterio de aceptación para la precisión de factor k.

Factor K	Especificación	Reproducibilidad	Experimental	Criterio
Carbono	16.5 ± 3.5	± 0.15 cuentas	0.03	OK
Hidrogeno	50.0 ± 20	± 3.75 cuentas	0.91	OK
Nitrógeno	6.0 ± 3.0	± 0.16 cuentas	0.04	OK
Azufre	6.0 ± 3.0	± 0.15 cuentas	0.05	OK

Tabla 12. Registro de resultados de análisis de factores K

Corrida	Carbono cuentas	Hidrogeno cuentas	Nitrógeno cuentas	Azufre cuentas
K1	17.524	47.706	6.257	7.724
K1	17.466	45.909	6.195	7.638
K1	17.538	46.512	6.275	7.727

Se consideraron los tres últimos análisis de factores K dado que la sugerencia del proveedor es analizar 3 factores K previos al análisis de muestras.

Tabla 13. Resultados del análisis de Cistina y Acetanilida

Helio CHNS	Exactitud	Precisión	Prueba de exactitud		Prueba de precisión		Criterio
			Cistina	Acetanilida	Cistina	Acetanilida	
Carbono	≤ 0.3	≤ 0.2	0.04	0.12	0.02	0.08	OK
Hidrogeno	≤ 0.3	≤ 0.2	0.13	0.20	0.04	0.11	OK
Nitrógeno	≤ 0.3	≤ 0.2	0.19	0.19	0.09	0.09	OK
Azufre	≤ 0.3	≤ 0.2	0.17	0.62	0.15	0.06	OK

Es importante aclarar que las pruebas antes realizadas fueron efectuadas por personal del laboratorio y que se llevaron de acuerdo a lo descrito en el procedimiento proporcionado por PerkinElmer. La manera de calcular los resultados para la prueba de exactitud fue por la diferencia entre el valor teórico del elemento y el promedio del porcentaje experimental para el mismo elemento, para la prueba de precisión solo se calculó la desviación estándar por elemento de los datos. El resultado positivo de azufre en la muestra de acetanilida indica que el método no es adecuado para muestras sin azufre por lo que se verá con el proveedor la manera de solucionar el problema

Los resultados antes mostrados dan por concluida la calificación de operación del analizador elemental.

#### 6. Calificación de desempeño

La calificación de desempeño tiene como objetivo garantizar que los resultados obtenidos rutinariamente son adecuados y se ajustan a las especificaciones del laboratorio como del proveedor. La verificación de los parámetros analíticos del equipo fueron realizados tanto por el Ing Jaime López y el Dr. Rubén García Braham asesor técnico de PerkinElmer tres meses después de la instalación del equipo. Para ver mas detalles ver el informe de calibración que entrego el Dr. Rubén ubicado en la carpeta del equipo y en la hoja de servicio del Ing. Jaime así como en la bitácora del equipo en la fecha 05 de abril de 2010.

La evaluación se realizo siguiendo el protocolo establecido por el proveedor

Numero de serie: 241N91117221 Fecha de prueba: 05 ABRIL 2010

Realizo: Ingeniero Jaime López.

Tabla 14. Pruebas de arranque para desempeño

Tiempo de estabilización 2.5 horas.	OK
Temperatura de combustión 975°C	OK
Temperatura de Reducción 501 °C	OK
Presión Helio 20 psi	OK
Presión Oxigeno 15 psi	OK
Presión Aire 60 psi	OK
Purga Helio 120 segundos	OK
Purga Oxigeno 60 segundos	OK
Criterio	Cumple

Tabla 15. Especificaciones de blancos instrumentales

Blancos	Especificación	Experimental	Criterio
Carbono	± 30 cuentas	± 04 cuentas	OK
Hidrogeno	± 100 cuentas	± 47 cuentas	OK
Nitrógeno	± 16 cuentas	± 02 cuentas	OK
Azufre	± 20 cuentas	± 06 cuentas	OK

Tabla 16. Registro de blancos instrumentales

Corrida	Carbono cuentas	Hidrogeno cuentas	Nitrógeno cuentas	Azufre cuentas
Blanco	-100	145	-84	75
Blanco	-102	164	-86	77
Blanco	-102	207	-83	82
Blanco	-109	251	-88	89

Tabla 17. Especificaciones para el factor K

Factor K	Especificación	Reproducibilidad	Experimental	Criterio
Carbono	16.5 ± 3.5	± 0.15 cuentas	0.009	OK
Hidrogeno	50.0 ± 20	± 3.75 cuentas	0.091	OK
Nitrógeno	6.0 ± 3.0	± 0.16 cuentas	0.035	OK
Azufre	6.0 ± 3.0	± 0.15 cuentas	0.018	OK

Tabla 18. Registro de factores k

Corrida	Carbono cuentas	Hidrogeno cuentas	Nitrógeno cuentas	Azufre cuentas
K1	17.431	41.989	6.263	8.508
K1	17.431	41.832	6.203	8.499
K1	17.415	41.830	6.263	8.474

Tabla 19. Resultados del análisis de Cistina y Acetanilida

Helio CHNS	Exactitud	Precisión	Prueba de exactitud		Prueba de precisión		Criterio
			Cistina	Acetanilida	Cistina	Acetanilida	
Carbono	≤ 0.3	≤ 0.2	0.05	0.165	0.05	0.07	OK
Hidrogeno	≤ 0.3	≤ 0.2	0.03	*0.372	0.02	0.07	OK
Nitrógeno	≤ 0.3	≤ 0.2	0.08	0.125	0.09	0.09	OK
Azufre	≤ 0.3	≤ 0.2	0.06	*0.880	0.12	0.09	OK

\*Verificar parámetro para acetanilida.

Tabla 20. Verificación del desempeño por análisis de diversos estándares

Resultados					
Corrida	Carbono%	Hidrogeno%	Nitrógeno%	Azufre%	Aceptación
CYS PE	30.09	5.06	11.84	26.77	Cumple
CYS PE	30.02	5.05	11.72	26.55	Cumple
CYS PE	30.00	5.08	11.66	26.74	Cumple
SULF AC	0.13	3.37	14.44	33.21	Cumple
SULF AC	0.09	3.36	14.42	33.23	Cumple
SULF AC	0.09	3.31	14.33	33.17	Cumple
ACET PE	71.24	10.51	*6.97	1.02	No cumple
ACET PE	71.17	10.42	*7.18	0.83	No cumple
ACET PE	71.27	10.44	*7.10	0.83	No cumple
ACET PE	71.34	10.57	*7.08	0.84	No cumple

\* Fuera de aceptación por parte del laboratorio.

Los resultados obtenidos demuestran el buen funcionamiento y operación del equipo, en el caso de la presencia de azufre en muestras carentes de este elemento no es satisfactorio por lo que se espera una solución por el proveedor para mejorar la respuesta del equipo y obtener resultados confiables.

En respuesta a los problemas en la exactitud y precisión en la detección de azufre, el proveedor envió al Dr. Rubén García el cual siguió el mismo protocolo para la verificación seguido de la modificación de algunos parámetros analíticos e introduciendo blancos de azufre (ver bitácora de equipo a partir del 06 de abril de 2010), los resultados se presentan a continuación.

Numero de serie: 241N91117221 Fecha de prueba: 06 ABRIL 2010

Realizo: Dr. Rubén García.

Tabla 21. Pruebas de arranque

Tiempo de estabilización 2.5 horas.	OK
Temperatura de combustión 975°C	OK
Temperatura de Reducción 501 °C	OK
Presión Helio 20 psi	OK
Presión Oxígeno 15 psi	OK
Presión Aire 60 psi	OK
Purga Helio 120 segundos	OK
Purga Oxígeno 60 segundos	OK
Criterio	Cumple

Tabla 22. Especificaciones blancos instrumentales

Blancos	Especificación	Experimental	Criterio
Carbono	± 30 cuentas	± 0 cuentas	NA
Hidrogeno	± 100 cuentas	± 0 cuentas	NA
Nitrógeno	± 16 cuentas	± 0 cuentas	NA
Azufre	± 20 cuentas	± 9 cuentas	OK

Tabla 23. Registro de blancos instrumentales

Corrida	Carbono cuentas	Hidrogeno cuentas	Nitrógeno cuentas	Azufre cuentas
Blanco	-53	262	-56	116
Blanco	-53	262	-56	104
Blanco	-53	262	-56	98

Nota: Mediante el uso de blancos de azufre los valores de CHN se mantienen constantes y solo se ajustan las cuentas para azufre

Tabla 24. Especificaciones factor K

Factor K	Especificación	Reproducibilidad	Experimental	Criterio
Carbono	16.5 ± 3.5	± 0.15 cuentas	0.02	OK
Hidrogeno	50.0 ± 20	± 3.75 cuentas	0.07	OK
Nitrógeno	6.0 ± 3.0	± 0.16 cuentas	0.03	OK
Azufre	6.0 ± 3.0	± 0.15 cuentas	0.08	OK

Tabla 25. Registro de factores K

Corrida	Carbono cuentas	Hidrogeno cuentas	Nitrógeno cuentas	Azufre cuentas
K1	17.482	42.482	6.264	7.953
K1	17.461	42.570	6.311	8.076
K1	17.437	42.425	6.332	8.109

Tabla 26. Resultados de análisis de Cistina y Acetanilida.

Helio CHNS	Exactitud	Precisión	Prueba de exactitud		Prueba de precisión		Criterio
			Cistina	Acetanilida	Cistina	Acetanilida	
Carbono	≤ 0.3	≤ 0.2	0.07	0.13	0.05	0.10	OK
Hidrogeno	≤ 0.3	≤ 0.2	0.05	0.28	0.01	0.08	OK
Nitrógeno	≤ 0.3	≤ 0.2	0.15	0.24	0.11	0.04	OK
Azufre	≤ 0.3	≤ 0.2	0.16	0.01	0.14	0.09	OK

\*Verificar parámetro para acetanilida.

Tabla 27. Verificación mediante análisis de varios estándares.

Resultados					
Corrida	Carbono%	Hidrogeno%	Nitrógeno%	Azufre%	Aceptación
CYS PE	30.00	4.97	11.72	26.79	Cumple
CYS PE	30.05	4.97	11.72	26.89	Cumple
CYS PE5	30.11	4.98	11.88	26.88	Cumple
CYS PE4	30.06	5.00	11.92	26.59	Cumple
CYS PE3	30.19	5.05	11.89	*27.19	Cumple
ACET PE	71.26	7.10	10.57	-0.03	Cumple
ACET PE	71.09	6.99	10.60	-0.12	Cumple
ACET PE	71.22	6.92	10.59	0.09	Cumple
ACET AE	71.37	*7.13	10.67	-0.12	Cumple
ACET AE	71.33	*7.08	10.66	0.02	Cumple
SULFAMIC PE3	0.13	3.38	14.65	*33.86	Cumple
SULFAMIC PE2	0.14	3.37	14.63	*33.54	Cumple
SULFAMIC PE1	0.18	*3.45	14.58	33.21	Cumple
ACET PE6	71.33	7.02	10.68	-0.13	Cumple
ACET PE5	71.35	6.95	10.68	-0.21	Cumple
ACET PE4	71.40	6.92	10.67	-0.20	Cumple
BENZOIC AE3	69.17	4.87	*0.44	-0.46	Cumple
FENAN AE3	93.84	5.59	*0.670	-0.30	Cumple

\*Resultados ligeramente mayores al 0.3% de variación respecto al porcentaje teórico del compuesto pero aceptables para el proveedor.

## 7. Conclusión

Con los resultados previos, el equipo se considera adecuado para la determinación de C. H. N. y S. Es importante aclarar que dadas las condiciones del reactor de combustión la calibración puede o

no ser favorable para la cuantificación de azufre quedando sujeta a verificación por medio de la muestra control, en caso desfavorable no se realizaran análisis que contengan azufre en su estructura química.

8. Referencias:

- a. Centro Nacional de Metrología (CENAM), "Guía sobre la calificación de equipo de instrumentos analíticos" Año 2004.
- b. Manual de operación y procedimientos del equipo de Análisis Elemental Perking Elmer.



### 4.3. Estimación de la incertidumbre “Análisis Elemental”

#### 0. Introducción.

La incertidumbre es un parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mensurando según la guía de incertidumbre de EURACHEM. Existen diferentes maneras de cómo hacer una estimación adecuada de la incertidumbre entre los cuales destacan las propuestas por EURACHEM, NIST, ISO entre otras. La incertidumbre de la técnica analítica de Análisis Elemental se obtiene mediante la aplicación de la norma NMX-CH-140-IMNC-200 “*Guía para la Expresión de la incertidumbre en las mediciones*” así como mediante un estudio de precisión y veracidad el cual es descrito en la norma NMX-CH-5725-2-IMNC-2005 “*Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición – Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de medición normalizado*”

El análisis elemental es una técnica que proporciona el contenido de carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre, presentes en un amplio rango de muestras de naturaleza orgánica e inorgánica tanto sólidas como líquidas. El resultado de la medición (mensurando), que se obtiene es un porcentaje relativo respecto al análisis de un estándar de composición conocida y el peso de muestra analizada.

#### 1. Objetivo.

Describir las actividades involucradas en la identificación de los factores que contribuyen con la incertidumbre de la medición así como la estimación de la incertidumbre en la técnica de “*Análisis elemental*”.

#### 2. Alcance.

El presente documento aplica para la determinación de Carbono, Hidrogeno, Nitrógeno y Azufre por la técnica analítica de “*Análisis Elemental*” del laboratorio de fluorescencia de rayos X de la USAI.

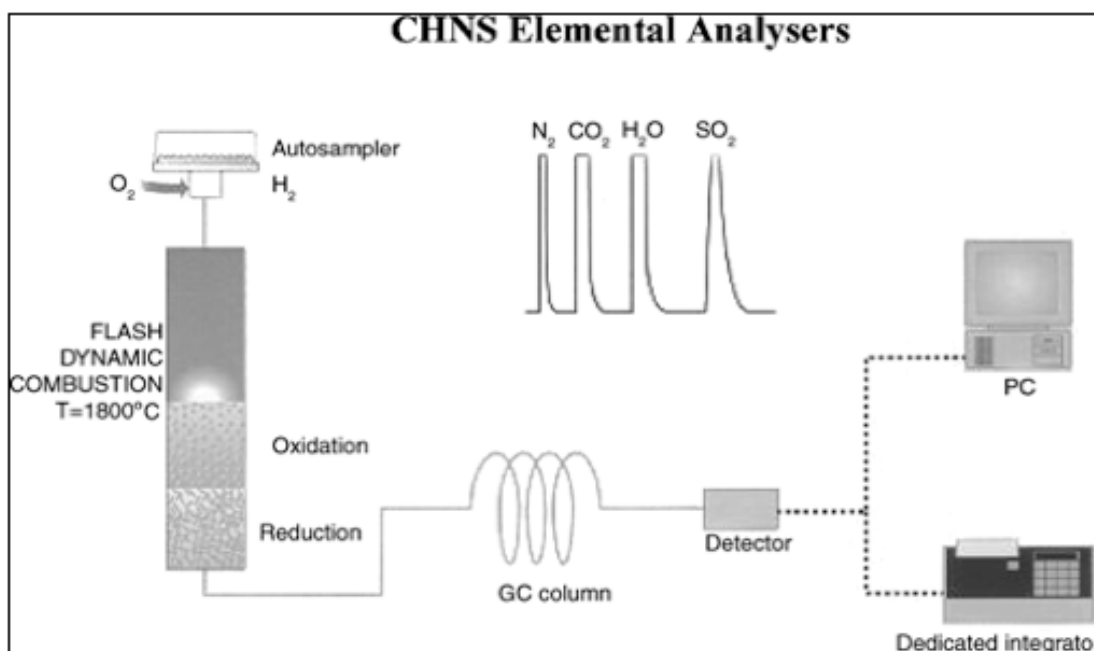
#### 3. Descripción del principio de medida.

La técnica usada para la determinación de Carbono, Nitrógeno, Hidrogeno y Azufre esta basada en el método “*Combustión Dinámica Instantánea*”. Las muestras son pesadas en contenedores de estaño posteriormente las muestras son colocadas en el equipo donde un flujo constante de Helio purga el equipo, en seguida la muestra es depositada en un reactor de combustión el cual se encuentra a 975 °C. Cuando la muestra cae en el horno, el flujo de Helio es temporalmente

enriquecido con oxígeno puro, la muestra funde y el estaño promueve una reacción violenta en una temporal atmósfera de oxígeno. Bajo estas condiciones las muestras son completamente oxidadas incluso las muestras térmicamente resistentes, la completa oxidación se garantiza usando el catalizador anhídrido tungstico.

La combustión se vuelve cuantitativa cuando la mezcla de gases generados pasan a través de un catalizador, en este caso sobre cobre metálico con la finalidad de reducir los óxidos de nitrógeno a nitrógeno molecular y de eliminar el exceso de oxígeno. La mezcla resultante es separada en una columna cromatográfica donde los componentes individuales son identificados como  $N_2$ ,  $CO_2$ ,  $H_2O$  y  $SO_2$  por medio de un detector de conductividad térmica (TCD). La señal es integrada y se evalúa por medio del área bajo la curva. El porcentaje se presenta de forma directa en el monitor del instrumento sin ningún tipo de ajuste. Previa calibración del equipo, se puede cuantificar elementos con una abundancia mayor a 100 ppm en un compuesto químico.

Figura 1. Descripción del principio de operación del equipo de análisis elemental.



Fuente: Manual de operación del equipo de Análisis Elemental

#### 4. Factores que contribuyen con la incertidumbre

Las principales contribuciones a la incertidumbre de la medición son: Factores Humanos, instalaciones y condiciones ambientales, métodos de ensayo y calibración, equipos y trazabilidad.

En el caso del laboratorio de Fluorescencia de rayos X se cuenta con un equipo para la determinación de análisis elemental el cual se somete a un estudio de precisión y reproducibilidad. El laboratorio no realiza muestreo por lo que este factor no se considera.

Por lo cual los principales factores que afectan la medición son:

1. La exactitud entre los analistas Nayeli López B. y Víctor H. Lemus (Factor Humano).
2. La reproducibilidad de C. H. N. y S. (Método de Ensayo y calibración).
3. La incertidumbre de la pesada (Método de Ensayo).
4. La incertidumbre tipo A debida al instrumento de medición.
5. Estándares (Trazabilidad).

De manera que se propone la siguiente ecuación para la estimación de la incertidumbre de la medición:

$$U_{\%} = \sqrt{U_{S_{Rtec}}^2 + U_{S_{Relemento}}^2 + U_{pesada}^2 + U_A^2 + U_{estandar}^2} \dots\dots\dots(1)$$

Donde:

$U_{\%}$  = Incertidumbre de la medición.

$U_{S_{Rtec}}^2$  = Incertidumbre entre técnicos.

$U_{S_{Relemento}}^2$  = Incertidumbre en la medición por elemento.

$U_{pesada}^2$  = Incertidumbre en la pesada.

$U_A^2$  = Incertidumbre tipo A debida a las replicas y el certificado del estándar.

$U_{estandar}^2$  = Incertidumbre de los estándares utilizados

#### 4.1. Factor Humano

Para determinar la influencia de los analistas del laboratorio se realizó un estudio de precisión y reproducibilidad (determinación de  $S_R$ ). La metodología consistió en que ambos analistas realizaron análisis de un estándar de composición conocida bajo condiciones de reproducibilidad, es decir en días diferentes, por la misma metodología e instrumento, cada elemento se considera un nivel, los resultados se presentan a continuación:

Tabla 28. Resultados del análisis de Cistina para prueba de precisión.

CISTINA							
Víctor Lemus				Nayeli López			
C %	H %	N %	S %	C %	H %	N %	S %
29.996	4.955	11.610	26.674	29.947	4.963	11.732	26.544
29.990	4.894	11.709	26.430	30.023	4.439	11.673	26.773
30.000	5.290	11.688	26.484	29.990	4.971	11.688	26.595
30.095	5.081	11.796	26.593	30.033	4.983	11.641	26.738
29.982	4.904	11.661	26.879	30.020	5.030	11.664	26.678
30.036	5.022	11.721	26.854	30.039	5.078	11.715	26.669
30.039	5.078	11.715	26.669	30.066	5.129	11.701	26.903
29.974	4.959	11.642	26.862	29.958	5.029	11.654	26.661
29.948	5.185	11.820	26.689	29.939	5.033	11.699	26.638
29.963	5.012	11.731	26.577	29.993	4.940	11.684	26.748
30.109	5.012	11.787	26.836	29.888	4.908	11.635	26.518
30.099	5.047	11.690	26.555	30.114	5.039	11.711	26.924
30.127	5.020	11.766	26.842	30.105	5.016	11.729	26.879
30.197	4.975	11.921	26.840	30.108	5.039	11.779	26.686
30.199	4.974	11.901	26.791	30.145	5.057	11.759	26.767
30.153	4.981	11.824	26.920	29.921	5.116	11.692	26.878
30.138	4.733	11.850	26.953	30.125	5.014	11.703	26.672
30.058	5.000	11.643	26.811	30.109	4.992	11.731	26.351
30.137	5.016	11.710	26.797	30.128	5.040	11.720	26.816
30.145	5.057	11.759	26.767	30.143	5.006	11.728	26.917

Se obtiene la media y desviación estándar de cada analista para los diferentes niveles:

Tabla 29. Tabla de medias y desviación estándar entre analistas

Medias				
Analistas	N	H	C	S
Víctor	11.747	5.009	30.069	26.741
Nayeli	11.709	4.991	30.039	26.717
Desviación estándar				
Víctor	0.0857	0.1107	0.0804	0.1490
Nayeli	0.0372	0.1405	0.0809	0.1488

Con los datos de media y desviación estándar se plantea una prueba de hipótesis en la cual, la hipótesis nula se refiere a que no hay diferencia estadística entre las medias obtenidas por los analistas ( $H_0: X_1 - X_2 = 0$ ). El cálculo se realizó mediante el uso del programa minitab 14, a

continuación se ejemplifica la prueba realizada para carbono. Figura 2. Resultados del análisis estadístico usando minitab 14.

Two-Sample T-Test and CI				
Sample	N	Mean	StDev	SE Mean
1	20	11.7472	0.0858	0.019
2	20	11.7019	0.0372	0.0083

Difference = mu (1) - mu (2)  
 Estimate for difference: 0.045300  
 95% CI for difference: (0.002233, 0.088367)  
 T-Test of difference = 0 (vs not =): T-Value = 2.17 P-Value = 0.040 DF = 25

Como puede observarse la diferencia esta dentro del intervalo de aceptación de la prueba, por lo que se acepta Ho. Lo cual significa que no existe diferencia significativa entre medias de las mediciones realizadas por los analistas. Estos mismos resultados son similares para los demás elementos.

Para obtener el valor de Sr se emplearon las siguientes ecuaciones:

$$T_1 = \sum n_i \bar{y}_i \dots\dots\dots(2)$$

$$T_2 = \sum n_i (\bar{y}_i)^2 \dots\dots\dots(3)$$

$$T_3 = \sum n_i \dots\dots\dots(4)$$

$$T_4 = \sum n_i^2 \dots\dots\dots(5)$$

$$T_5 = \sum (n_i - 1) s_i^2 \dots\dots\dots(6)$$

$$s_r^2 = \frac{T_5}{T_3 - p} \dots\dots\dots(7)$$

$$s_L^2 = \left[ \frac{T_2 T_3 - T_1^2}{T_3 (p - 1)} - s_r^2 \right] \left[ \frac{T_3 (p - 1)}{T_3^2 - T_4} \right] \dots\dots\dots(8)$$

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 \dots\dots\dots(9)$$

A continuación se ejemplifica el cálculo para obtener los valores de T<sub>1</sub> a T<sub>5</sub> para nitrógeno:

$$T_1 = (20)(11.7472) + (20)(11.7019) = 468.982$$

$$T_2 = (20)(11.7172)^2 + (20)(11.7019)^2 = 5498.6234$$

$$T_3 = 20 + 20 = 40$$

$$T_4 = 20^2 + 20^2 = 800$$

$$T_5 = (20 - 1)(0.085799)^2 + (20 - 1)(6.0372246) = 0.1661$$

Los resultados por elemento se resumen en la siguiente tabla:

Tabla 30. Resultados para los diferentes niveles.

	Nitrógeno	Carbono	Hidrogeno	Azufre
T1	468.98	1202.17	200.01	1069.17
T2	5498.62	36130.86	1000.17	28578.54
T3	40	40	40	40
T4	800	800	800	800
T5	0.16617	0.24760	0.6082	0.8432

A continuación se presenta el cálculo para la obtención de valor de  $S^2_L$  y  $Sr^2$

$$Sr^2 = \frac{0.16619}{40 - 2} = 4.3736 \times 10^{-3}$$

$$S^2_L = \left[ \frac{5498.6234(40) - 468.982^2}{40(2 - 1)} - 4.3736 \times 10^{-3} \right] \left[ \frac{40(2 - 1)}{40^2 - 800} \right] =$$

$$S^2_L = (0.0204919 - 4.3736 \times 10^{-3})(0.05) = 8.05915 \times 10^{-4}$$

Los resultados por elemento se resumen a continuación:

Tabla 31. Resultados y cálculos de SR y SL

	Nitrógeno %	Carbono %	Hidrogeno %	Azufre %
$Sr^2$	0.0043	0.0065	0.0160	0.02219
$S^2_L$	0.0008	0.0001	-0.0006	-0.0008
$SR^2$	0.0051	0.0066	0.0153	0.0213
Sr	0.0661	0.0807	0.1265	0.1489
SR	0.0719	0.0814	0.1240	0.1461

#### 4.2. Método de Ensayo:

La contribución del método empleado en la determinación de C.H.N. y S. se desarrolló un estudio de reproducibilidad para cada elemento, para lo cual se analizaron varios estándares en condiciones de reproducibilidad. La calibración se considera parte del método por lo que se evalúa solo por la precisión de los resultados de los análisis realizados de la muestra control. Los cálculos realizados son los mismos presentados para el estudio de  $S_R$  entre analistas. Los resultados de las mediciones se presentan a continuación por elemento:

Tabla 32. Estudio de precisión para Carbono

ESTIMACION INCERTIDUMBRE PARA CARBONO %								
Analista	Acetanilida	Sulfanilamida	Metionina	BBOT	Ac. Sulfamico	Cistina	Fenantreno	Ac. Benzoico
N	71.39	41.63966	40.3018	72.8354	0.089	29.939	93.748	69.12
N	71.31	41.7972	40.5955	72.94	-0.8	29.993	93.65	69.09
N	71.33	41.8997	40.3368	73.21	0.047	29.888	93.756	69.17
N	71.07	41.8798	40.3198	72.76	0.14	30.114		69.084
N	71.22							
V	71.26	42.16	40.4697	70.03	0.09	29.948	93.809	68.9
V	71.2	42.25	40.74	73.23	0.104	29.963	93.751	69.29
V	71.13	42.28	40.554	73	-0.016	30.109	93.73	69.066
V	71.17		40.63		0.021	30.099		69.12
V	71.27							
Sr <sup>2</sup>	0.00951	0.00793	0.01622	1.92687	0.10180	0.00841	0.00258	0.01369
S <sub>L</sub> <sup>2</sup>	-0.00022	0.08839	0.01798	-0.20102	-0.00911	-0.00103	0.00017	-0.00318
SR <sup>2</sup>	0.00929	0.09632	0.03421	1.72585	0.09269	0.00737	0.00275	0.01051
Sr	0.09749	0.08908	0.12737	1.38812	0.31906	0.09168	0.05079	0.11701
SR	0.09636	0.31035	0.18495	1.31372	0.30444	0.08587	0.05241	0.10252

Tabla 33. Estudio de precisión para Hidrogeno

ESTIMACION INCERTIDUMBRE PARA HIDROGENO %								
Analista	Acetanilida	Sulfanilamida	Metionina	BBOT	Ac. Sulfamico	Cistina	Fenantreno	Ac. Benzoico
N	6.88	4.6209	7.3529	5.8264	3.218	5.033	5.504	4.84
N	6.81	4.7569	7.2819	6.13	3.24	4.94	5.558	4.81
N	6.86	4.6905	7.3402	6.13	3.106	4.908	5.548	4.87
N	6.82	4.6657	7.453	6.08	3.41	5.039		4.778
N	6.66							
V	6.98	4.73	7.3767	6.15	3.31	5.185	5.495	4.79
V	6.97	4.73	7.55	6.16	2.894	5.012	5.422	4.887
V	6.9	4.66	7.5	6.06	3.176	5.012	5.371	4.902
V	6.97		7.43		3.341	5.047		4.923
V	6.61							
Sr <sup>2</sup>	0.01616	0.00227	0.00544	0.01028	0.02865	0.00557	0.00235	0.00251
S <sub>L</sub> <sup>2</sup>	-0.00003	-0.00039	0.00438	0.00034	-0.00516	0.00214	0.00498	0.00067
SR <sup>2</sup>	0.01612	0.00188	0.00982	0.01062	0.02349	0.00770	0.00733	0.00319
Sr	0.12710	0.04764	0.07374	0.10137	0.16927	0.07462	0.04853	0.05014
SR	0.12698	0.04331	0.09910	0.10305	0.15327	0.08778	0.08562	0.05644

Tabla 34. Estudio de precisión para Nitrógeno.

ESTIMACION INCERTIDUMBRE PARA NITROGENO %								
Analista	Acetanilida	Sulfanilamida	Metionina	BBOT	Ac. Sulfamico	Cistina	Fenantreno	Ac. Benzoico
N	10.46	16.2101	9.3988	6.6046	14.27	11.699	0.029	0.44
N	10.44	16.2105	9.3737	6.62	14.14	11.684	0.055	0.51
N	10.44	16.2755	9.2004	6.55	14.59	11.635	0.072	0.44
N	10.44	16.2912	9.3021	6.3	14.21	11.711		
N	10.62							
V	10.66	16.5	9.68	6.75	14.33	11.82	-0.64	0.21
V	10.65	16.56	9.66	6.75	14.564	11.731	-0.16	-0.056
V	10.64	16.34	9.57	6.73	14.137	11.787	-0.87	-0.095
V	10.51		9.2826		14.195	11.69		0
V	10.73							
Sr <sup>2</sup>	0.00629	0.00849	0.02077	0.00894	0.03846	0.00223	0.06585	0.01005
S <sup>2</sup> <sub>L</sub>	0.01123	0.02169	0.02112	0.02263	-0.00961	0.00224	0.16329	0.09726
SR <sup>2</sup>	0.01751	0.03018	0.04189	0.03157	0.02885	0.00447	0.22914	0.10731
Sr	0.07928	0.09213	0.14411	0.09455	0.19611	0.04722	0.25661	0.10024
SR	0.13233	0.17372	0.20466	0.17769	0.16984	0.06683	0.47868	0.32759

Tabla 35. Estudio de precisión para Azufre.

ESTIMACION INCERTIDUMBRE PARA AZUFRE %							
analista	Acetanilida	Sulfanilamida	Metionina	BBOT	Ac. Sulfamico	Cistina	Fenantreno
N	-0.11	19.2156	20.2229		33.281	26.638	-0.007
N	-0.17	19.397	22.0773	7.89	33.11	26.748	0.042
N	-0.06	19.1523	21.5359	7.87	33.117	26.518	0.136
N	0.21	19.843	21.6154	7.82	33.31	26.924	
N	-1.06						
V	-0.15	18.59	22.0984	7.97	33.17	26.689	-0.032
V	-0.11	18.82	22.07	7.95	33.296	26.577	-0.3
V	0.07	18.45	22.05	7.86	33.059	26.836	-0.328
V	1.02		21.85		33.023	26.555	
V	1.27						
Sr <sup>2</sup>	0.34249	0.05982	0.32368	0.00258	0.01317	0.02315	0.01599
S <sup>2</sup> <sub>L</sub>	0.14799	0.28829	0.13309	0.00147	-0.00101	-0.00487	0.03303
SR <sup>2</sup>	0.49047	0.34812	0.45676	0.00405	0.01216	0.01828	0.04903
Sr	0.58522	0.24458	0.56893	0.05079	0.11476	0.15216	0.12646
SR	0.70034	0.59001	0.67584	0.06364	0.11025	0.13519	0.22142



Como puede observarse en las tablas anteriores no existe una relación entre el nivel del elemento a determinar y el valor de la desviación estándar de la repetibilidad debido a que para cada nivel se uso un diferente analito, por lo que se considera el promedio de los diferentes valores de SR para la estimación de la incertidumbre de la repetibilidad. Los promedios se resumen en la siguiente tabla:

Tabla 36. Promedio SR y SR<sup>2</sup> por elemento.

	Carbono %	Hidrogeno %	Nitrógeno%	Azufre %
SR <sup>2</sup> promedio	0.0448	0.0141	0.1185	0.1969
SR Promedio	0.2118	0.1190	0.3442	0.4438

Nota: Estos promedios serán empleados para la estimación de la incertidumbre combinada en la ecuación 1.

#### 4.3. Pesada:

El método de ensayo involucra conocer el peso de las muestras de manera exacta, por lo cual en el laboratorio se cuenta con una micro balanza analítica Sartorius, modelo M2P la cual es calibrada una vez al año por la unidad de Metrología de la Facultad de Química de la UNAM el cual es un laboratorio acreditado por la EMA conforme a la norma ISO17025. Los datos de incertidumbre entregados por la unidad de Metrología en el último informe de septiembre de 2011 corresponden a:

Tabla 37. Reporte de la incertidumbre asociada al marco de pesas.

Carga de prueba mg	Incertidumbre mg	Error mg
2	0.052	0.003
5	0.052	0.004
10	0.052	0.002
20	0.052	0.002
30	0.052	0.002
50	0.052	0.002
70	0.052	0.005
100	0.052	0.005
150	0.052	0.008
200	0.052	0.008

Fuente: Certificado de calibración de pesas septiembre de 2011

El valor más próximo a las pesadas realizadas en el laboratorio corresponde a 20 mg por lo que se considera el valor de incertidumbre de dicho valor, es decir 0.052 mg. El cual corresponde a la incertidumbre expandida, la incertidumbre combinada por tal se obtiene como:

$$u_c = \frac{u_{exp}}{k} \dots\dots\dots(10)$$

Sustituyendo en la ecuación 10 tenemos la incertidumbre combinada de la pesada es:

$$u_c = \frac{0.052}{2} = 0.026 \text{ mg}$$

Dado que las unidades corresponden a mg y se necesitan expresar en porcentaje se hace la siguiente conversión:

$$0.026 \text{ mg} \left( \frac{100\%}{20 \text{ mg}} \right) = 0.13\%$$

Sin embargo se considera que la distribución en las mediciones de la balanza es rectangular por lo que el valor previo se divide entre raíz de tres obteniendo.

$$U_{pesada} = \frac{0.13}{\sqrt{3}} = 0.0750$$

4.4. Incertidumbre tipo A:

Para esta aproximación se evalúan los resultados por la precisión de los mismos al realizar mínimo dos replicas de las mediciones bajo condiciones de repetibilidad para la muestra control, la incertidumbre asociada se considera corresponde a la desviación estándar de los resultados divididos entre raíz de n, donde n es el numero de replicas.

A continuación se da un ejemplo de resultados generados en un día de trabajo:

Tabla 38. Resultados de análisis de Cistina generados en un día de trabajo habitual

Cistina				
Elemento	Carbono %	Hidrogeno %	Nitrógeno %	Azufre %
Resultado 1	29.939	5.033	11.699	26.638
Resultado 2	29.993	4.94	11.684	26.748
Resultado 3	29.888	4.908	11.635	26.518
Desviación	0.0525	0.0649	0.0335	0.1150
Incertidumbre tipo A	0.0303	0.0374	0.0193	0.0664

Sin embargo otro factor a considerar además de la incertidumbre tipo A, es la incertidumbre de cada elemento asociada al estándar, el cual es proporcionado en el certificado del material de referencia.

El estándar es:

Cistine OAS marca Elemental Microanalysis catalogo numero B2035 BN 168447, certificado de análisis 134139 y fecha de caducidad 25 de enero de 2014. A continuación se presentan los resultados del certificado de análisis.

Tabla 39. Incertidumbre asociada al material de referencia.

Elemento*	Valor (% p/p)	Incertidumbre (± %)	Teóricos (% p/p)
Carbono	30.05	0.28	29.99
Hidrogeno	5.04	0.14	5.03
Nitrógeno	11.55	0.13	11.66
Oxigeno	26.61	0.22	26.63
Azufre	26.72	0.20	26.69

Fuente: certificado de análisis 134139.

Por lo que la incertidumbre tipo A y la incertidumbre asociada al material de referencia tenemos para C:

$$u_{\text{estandar}} = \sqrt{u_{TAC}^2 + u_{AC}^2} \dots\dots\dots(11)$$

Donde  $u_{TAC}$  = incertidumbre tipo A

$u_{AC}$  = incertidumbre para carbono reportada en el informe.

$$u_{\text{estandar}} = \sqrt{(0.03032)^2 + (0.28)^2} = 0.28163$$

Por lo tanto tenemos la incertidumbre de cada elemento por estándar como:

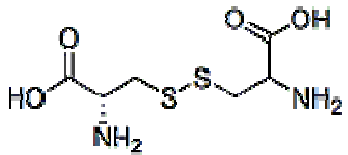
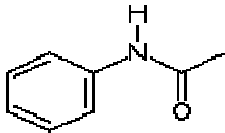
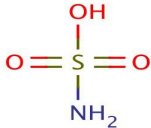
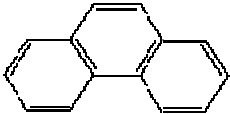
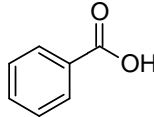
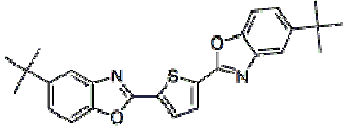
Tabla 40. Incertidumbre asociada tipo A

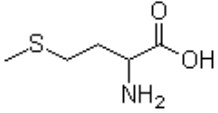
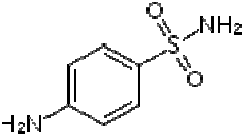
Elemento	Carbono %	Hidrogeno %	Nitrógeno %	Azufre %
Incertidumbre	0.2816	0.1449	0.1314	0.2107

4.5. Estándares (Trazabilidad):

Los estándares utilizados son compuestos químicos de alta pureza, sólidos y estables a temperatura ambiente, los cuales están siendo caracterizados, para este ejercicio aun no se cuenta con el análisis de todos ellos. La pureza de los mismos es obtenida por análisis por análisis térmico. Para la estimación de la incertidumbre se considera la desviación estándar de la pureza reportada en el informe.

Tabla 41. Estándares utilizados en análisis Elemental.

<p>Nombre: Cistina (L-Cystine).                      CAS: 56-89-3                      Formula molecular: <math>C_6H_{12}N_2O_4S_2</math>                      Peso: <math>240.3 \text{ gmol}^{-1}</math>                      Punto de Fusión: <math>&gt; 240 \text{ }^\circ\text{C}</math></p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      29.989 %                      H: 5.033 %                      N: 11.657 %                      S: 26.632 %                      O: 26.690 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: Acetanilida                      CAS: 103-84-4                      Formula molecular: <math>C_8H_9NO</math>                      Peso: <math>135.17 \text{ gmol}^{-1}</math>                      Punto de Fusión: <math>113-115^\circ\text{C}</math></p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      71.090 %                      H: 6.711 %                      N: 10.362 %                      O: 11.836 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: Acido Sulfámico                      CAS: 5329-14-6                      Formula molecular: <math>H_3NSO_3</math>                      Peso: <math>97.09 \text{ gmol}^{-1}</math>                      Punto de Fusión: <math>205 \text{ }^\circ\text{C}</math></p>	<p>Porcentajes teóricos:                      H: 3.114 %                      N: 14.426 %                      S: 33.03 %                      O: 49.434 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: Fenantreno                      CAS: 85-01-8                      Formula molecular: <math>C_{14}H_{10}</math>                      Peso: <math>178.22 \text{ gmol}^{-1}</math>                      Punto de Fusión: <math>99-101^\circ\text{C}</math></p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      94.345 %                      H: 5.655 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: Acido Benzoico                      CAS: 65-85-0                      Formula molecular: <math>C_7H_6O_2</math>                      Peso: <math>122 \text{ gmol}^{-1}</math>                      Punto de Fusión: <math>121 \text{ }^\circ\text{C}</math></p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      68.845 %                      H: 4.952 %                      O: 26.202 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: 2,5-Bis(5-tert-butil-2-benzoxazolil) tiofeno (BBOT).                      CAS: 7128-64-5                      Formula molecular: <math>C_{26}H_{26}N_2O_2S</math>                      Peso: <math>430.5 \text{ gmol}^{-1}</math>                      Punto de Fusión: <math>199-201 \text{ }^\circ\text{C}</math></p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      72.528 %                      H: 6.087 %                      N: 6.506 %                      S: 7.447 %                      O: 7.432 %</p>	<p>Estructura:</p> 

Nombre: Metionina (D,L) CAS: 59-51-8 Formula molecular: C <sub>5</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>2</sub> S Peso: 149.2 g·mol <sup>-1</sup> Punto de Fusión: 280-281 °C	Porcentajes teóricos: C: 40.247 % H: 7.431 % N: 9.387 % S: 21.490 % O: 21.445 %	Estructura: 
Nombre: Sulfanilamida CAS: 63-74-1 Formula molecular: C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S Peso: 172.2 g·mol <sup>-1</sup> Punto de Fusión: 163-167 °C	Porcentajes teóricos: C: 41.848 % H: 4.683 % N: 16.267 % S: 18.620 % O: 18.582 %	Estructura: 

Fuente: Elaboración propia

Los estándares antes mencionados fueron analizados por el laboratorio de análisis térmico para confirmar la pureza de los mismos, los resultados obtenidos son:

Tabla 42. Pureza de los estándares reportada por Análisis Térmico.

Estándar	Pureza %	Incertidumbre asociada
Cistina	92.802	± 0.06539
Sulfanilamida	100.000	± 0.01248
BBOT	99.964	± 0.02438
Fenantreno	99.953	± 0.00947
Acido benzoico	99.996	± 0.00877
Acido sulfámico	96.401	± 0.07812
Acetanilida	99.907	± 0.08252
	Promedio	0.04016

Fuente: Informe de resultados análisis térmico enero 2012.

Finalmente para la estimación de la incertidumbre se sustituye en la siguiente ecuación (1) obteniendo:

$$U_{Carbono} = \sqrt{(0.08140)^2 + (0.21188)^2 + (0.0750)^2 + (0.2816)^2 + (0.04016)^2}$$

Los resultados de la estimación de la incertidumbre combinada se resumen en la siguiente tabla:

Tabla 43. Incertidumbre combinada

Incertidumbre Combinada			
Carbono %	Hidrogeno %	Nitrógeno%	Azufre %
0.3716	0.2404	0.3850	0.5196

4.6. Por lo que la incertidumbre expandida es:

Tabla 44. Incertidumbre expandida del método de Análisis Elemental

Incertidumbre expandida			
Carbono %	Hidrogeno %	Nitrógeno %	Azufre %
0.7431	0.4807	0.7699	1.0392

5. Referencias:

- a. NMX-EC-17025-IMNC-2006 *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración”*
- b. NMX-CH-140-IMNC-200 *“Guía para la Expresión de la incertidumbre en las mediciones”*
- c. Guía Internacional de EURACHEM / CITAC *“Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement”* Segunda versión disponible en Internet, 2000.
- d. NMX-CH-5725-2-IMNC-2005 *“Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición – Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de medición normalizado”*

#### 4.4. Validación del método de “Análisis Elemental”

##### 0. Introducción.

La validación de un método es parte fundamental para garantizar que el método funciona y aporta resultados confiables, considerando la validación como el aporte de evidencias de que el método cumple con los requisitos especificados tanto por el usuario como por el cliente, el presente documento intenta exponer evidencia suficiente de que el método empleado para la determinación de análisis elemental es una técnica válida y reporta resultados confiables a los clientes.

Existen diferentes procedimientos para la validación de métodos analíticos, sin embargo es importante aclarar que la determinación de C. H. N. y S. no se considera un método analítico como tal, es considerado una técnica instrumental por lo que la validación no es extensa y va dirigida principalmente a garantizar que el equipo y los analistas generan resultados confiables.

La validación de la técnica se da por la evaluación sistemática de diversos factores que afectan la medición, entre los cuales tenemos:

1. Análisis de material de referencia.
2. Estimación de la incertidumbre de la medición.
3. Evaluación del límite de detección y del límite de cuantificación.
4. Calibración y elaboración de gráficos de control.

El método desarrollado por el laboratorio es una combinación entre la experiencia de los analistas y lo recomendado por el proveedor del instrumento e indicado en el manual de operación del equipo.

##### 1. Objetivo.

Describir las actividades involucradas en la validación de la determinación de C. H. N. y S. por “Análisis Elemental”

##### 2. Alcance.

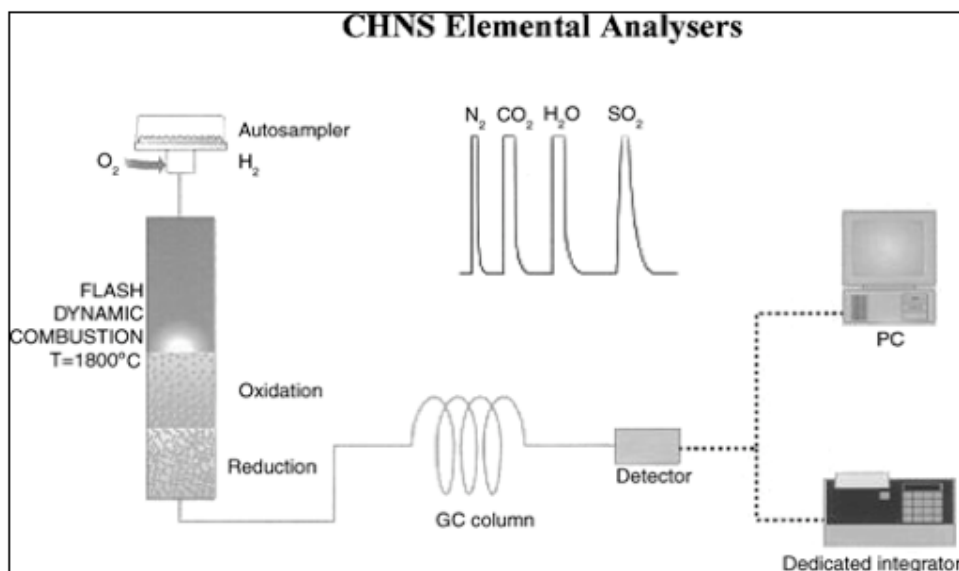
El presente documento aplica en la determinación de Carbono, Hidrogeno, Nitrógeno y Azufre por la técnica de “Análisis Elemental” del laboratorio de fluorescencia de rayos X en la USAI.

3. Descripción del principio de medida.

La técnica usada para la determinación de Carbono, Nitrógeno, Hidrogeno y Azufre esta basada en el método “*Combustión Dinámica Instantánea*”. Las muestras son pesadas en contenedores de estaño, posteriormente las muestras son colocadas en el equipo donde un flujo constante de Helio purga el equipo, en seguida la muestra cae en un reactor de combustión el cual se encuentra a 975 °C. Cuando la muestra cae en el horno, el flujo de Helio es temporalmente enriquecido con oxígeno puro, la muestra funde y el estaño promueve una reacción violenta en una temporal atmósfera de oxígeno. Bajo estas condiciones las muestras son completamente oxidadas incluso las muestras térmicamente resistentes, la completa oxidación se garantiza usando el catalizador anhídrido tungstico.

La combustión se vuelve cuantitativa cuando la mezcla de gases generados pasan a través de un catalizador, en este caso sobre cobre con la finalidad de reducir los óxidos de nitrógeno a nitrógeno molecular y de eliminar el exceso de oxígeno. La mezcla resultante es separada en una columna cromatográfica donde los componentes individuales son identificados como N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O y SO<sub>2</sub> por medio de un detector de conductividad térmica (TCD). La señal es integrada y se evalúa por medio del área bajo de curva. Previa calibración del equipo se puede cuantificar elementos con una abundancia mayor a 100 ppm en un compuesto químico.

Figura 3. Descripción del principio de medida del equipo de Análisis elemental.



Fuente: Manual de operación del equipo de Análisis Elemental



Definición de actividades.

El área de análisis elemental cuenta con dos analistas, los cuales están autorizados a realizar cada una de las pruebas descritas a continuación. Los resultados de la validación solo son validos en las instalaciones de la unidad y mediante el uso de los siguientes instrumentos:

- Analizador Elemental, marca Perkin Elmer modelo 2400 Serie II CHNS/O.
- Microbalanza analítica, marca Sartorius modelo M2P.

Nota: tanto el equipo como la microbalanza pueden ser sustituidos en cualquier momento y no afectaran la validación siempre y cuando se demuestre que los resultados son comparables y que se sigue manejando el mismo principio de medida.

#### 4. Material de Referencia.

El análisis de material de referencia certificados (MRC) es la forma mas confiable para garantizar que un método es valido, sin embargo en el caso particular de análisis de CHNS por análisis elemental no existe un MRC proporcionado por el Centro Nacional de Metrologia (CENAM). Por lo que se puede hacer uso de materiales de referencia certificados por organismos internacionales.

El laboratorio cuenta con un MRC recientemente adquirido con trazabilidad al NIST, el cual será empleado para la actualización de los gráficos de control previamente elaborados con cistina.

El estándar es:

Cistine OAS marca Elemental Microanalysis catalogo numero B2035 BN 168447, certificado de análisis 134139 y fecha de caducidad 25 de enero de 2014. A continuación se presentan los datos del certificado de análisis.

Tabla 45. Incertidumbre y porcentaje teórico reportados para el material de referencia.

Elemento*	Valor (% p/p)	Incertidumbre ( $\pm$ %)	Teóricos (% p/p)
Carbono	30.05	0.28	29.99
Hidrogeno	5.04	0.14	5.03
Nitrógeno	11.55	0.13	11.66
Oxígeno	26.61	0.22	26.63
Azufre	26.72	0.20	26.69

Fuente: Certificado de análisis 134139.

El material de referencia se emplea como prueba de que los resultados son válidos, para ello se sigue el procedimiento de calibración descrito en el procedimiento técnico de Análisis Elemental, al final de la calibración se ingresan como mínimo dos capsulas de estaño con el material de referencia, los cuales se analizan como muestras desconocidas, el porcentaje experimental por elemento obtenido en las mediciones no debe ser mayor del  $\pm 0.4\%$  con respecto al valor teórico del mismo elemento (veracidad del 0.4%). En caso de que algún elemento no cumpla con el criterio previo, se podrán realizar análisis de muestras siempre y cuando dichas muestras no contengan dicho elemento en su estructura.

Tabla 46. Resultados del análisis de cistina MR en el laboratorio

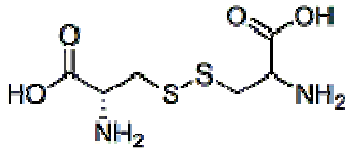
Elemento	Reportado en el certificado (% p/p)	Incertidumbre ( $\pm$ %)	**Porcentaje experimental (% p/p)	Teóricos (% p/p)	Conclusión
Carbono	30.05	0.28	30.154	29.99	Cumple
Hidrogeno	5.04	0.14	4.937	5.03	Cumple
Nitrógeno	11.55	0.13	11.756	11.66	Cumple
Azufre	26.72	0.20	26.811	26.69	Cumple

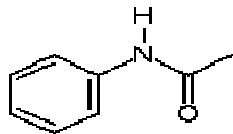
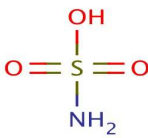

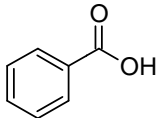
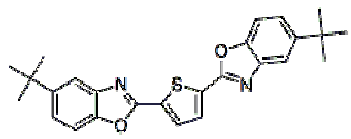
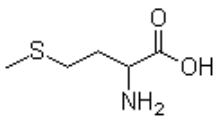
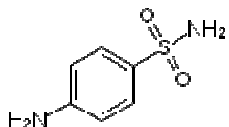
\*\*Análisis realizado el 22 de marzo de 2012.

Como puede observarse en la tabla anterior, los análisis realizados en el laboratorio están dentro del  $\pm 0.4\%$  con respecto al valor reportado en el certificado del materia de referencia, por lo que podemos concluir que con el método empleado, los resultados son válidos para la determinación de CHN y S.

El laboratorio cuenta con otros estándares sin embargo los certificados ya no son válidos pues ya se llegó a la fecha de caducidad de los mismos. El laboratorio propone demostrar que los materiales siguen siendo adecuados para su uso y/o verificación, mediante la caracterización de dichos estándares por técnicas espectrométricas (cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas) y espectroscópicas (espectroscopia de infrarrojo y resonancia magnética nuclear) y comparación contra un estándar certificado, así como por la determinación de su pureza por análisis térmico (cuando el estándar sea adecuado para este análisis). Los estándares con los que se cuentan son:

Tabla 47. Estándares con lo que cuenta el laboratorio.

Nombre: Cistina (L-Cystine). CAS: 56-89-3 Formula molecular: $C_6H_{12}N_2O_4S_2$ Peso: $240.3 \text{ g mol}^{-1}$ Punto de Fusión: $> 240 \text{ }^\circ\text{C}$	Porcentajes teóricos: C: 29.989 % H: 5.033 % N: 11.657 % S: 26.632 % O: 26.690 %	Estructura: 
--	---	---

<p>Nombre: Acetanilida                      CAS: 103-84-4                      Formula molecular: C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>NO                      Peso: 135.17 g·mol<sup>-1</sup>                      Punto de Fusión: 113-115 °C</p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      71.090 %                      H: 6.711 %                      N: 10.362 %                      O: 11.836 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: Acido Sulfámico                      CAS: 5329-14-6                      Formula molecular: H<sub>3</sub>NSO<sub>3</sub>                      Peso: 97.09 g·mol<sup>-1</sup>                      Punto de Fusión: 205 °C</p>	<p>Porcentajes teóricos:                      H: 3.114 %                      N: 14.426 %                      S: 33.03 %                      O: 49.434 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: Fenantreno                      CAS: 85-01-8                      Formula molecular: C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>                      Peso: 178.22 g·mol<sup>-1</sup>                      Punto de Fusión: 99-101 °C</p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      94.345 %                      H: 5.655 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: Acido Benzoico                      CAS: 65-85-0                      Formula molecular: C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>                      Peso: 122 g·mol<sup>-1</sup>                      Punto de Fusión: 121 °C</p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      68.845 %                      H: 4.952 %                      O: 26.202 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: 2,5-Bis(5-tert-butil-2-benzoxazolil) tiofeno (BBOT).                      CAS: 7128-64-5                      Formula molecular: C<sub>26</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S                      Peso: 430.5 g·mol<sup>-1</sup>                      Punto de Fusión: 199-201 °C</p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      72.528 %                      H: 6.087 %                      N: 6.506 %                      S: 7.447 %                      O: 7.432 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: Metionina (D,L)                      CAS: 59-51-8                      Formula molecular: C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>S                      Peso: 149.2 g·mol<sup>-1</sup>                      Punto de Fusión: 280-281 °C</p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      40.247 %                      H: 7.431 %                      N: 9.387 %                      S: 21.490 %                      O: 21.445 %</p>	<p>Estructura:</p> 
<p>Nombre: Sulfanilamida                      CAS: 63-74-1                      Formula molecular: C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S                      Peso: 172.2 g·mol<sup>-1</sup>                      Punto de Fusión: 163-167 °C</p>	<p>Porcentajes teóricos: C:                      41.848 %                      H: 4.683 %                      N: 16.267 %                      S: 18.620 %                      O: 18.582 %</p>	<p>Estructura:</p> 

Fuente: Estimación de la incertidumbre para Análisis Elemental.

La caracterización se realiza para el estándar de Cistina, como ejemplo:

4.1. Análisis mediante Espectroscopia de Infrarrojo.

En este caso se obtuvieron los espectros de infrarrojo mediante reflectancia por ATR en el laboratorio de IR, la tabla comparativa con las principales bandas de absorción se resumen a continuación para los diferentes lotes de cistina con los cuales se cuenta en el laboratorio:

Tabla 48. Resultados del estudio por Espectroscopia de Infrarrojo

*IR (FTIR Reflectancia ATR)		
Cistina MR	Cistina AE01b	Cistina PE
3018 (CH), 2968, 2915 (CH <sub>2</sub> ), 3000-2500 (COOH), 1655, 1619 (NH <sub>2</sub> ), 1575 (CO), 1479 (CH <sub>2</sub> ), 1400 (CH <sub>2</sub> N), 1335 (CH), 1295, 871, 843, 774, 673 (NH <sub>2</sub> ).	3007 (CH), 2968, 2915 (CH <sub>2</sub> ), 3000-2500 (COOH), 1655, 1619 (NH <sub>2</sub> ), 1576 (CO), 1479 (CH <sub>2</sub> ), 1400 (CH <sub>2</sub> N), 1335 (CH), 1295, 871, 843, 774, 673 (NH <sub>2</sub> ).	2966, 2911 (CH <sub>2</sub> ), 3000-2500 (COOH), 1620 (NH <sub>2</sub> ), 1581 (CO), 1483 (CH <sub>2</sub> ), 1412 (CH <sub>2</sub> N), 1344 (CH), 1292, 874, 847, 781, 681 (NH <sub>2</sub> ).

\*Ver espectros en el anexo de este documento.

Como puede observarse en la tabla anterior, los principales grupos de interés para la molécula de cistina se encuentran presentes, así mismo las bandas resultantes coinciden con los resultados reportados en tablas (Nakanishi 1977).

4.2. Análisis mediante Resonancia Magnética Nuclear.

Para el análisis por RMN se disolvieron las muestras en agua deuterada y se llevo a pH ácido, la adquisición de los espectros de protón se realizó en un equipo de 400 MHz. usando como referencia óxido de deuterio. Las señales se resumen a continuación:

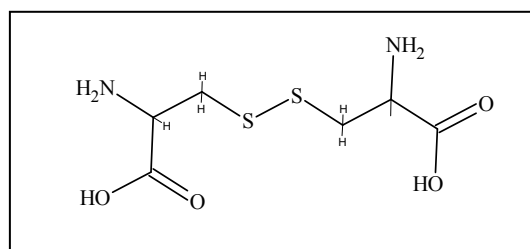
Tabla 49. Resultados del estudio por Resonancia Magnética Nuclear

*RMN ( <sup>1</sup> H D <sub>2</sub> O ) ppm		
Cistina MR	Cistina AE01b	Cistina PE
3.24 (q, J=8 Hz, 1H, CH <sub>2</sub> ) 3.39 (dd, J <sub>1</sub> =16 Hz, J <sub>2</sub> =8 Hz, 1H, CH <sub>2</sub> ) 4.44 (q, J=8 Hz, 1H, CH <sub>2</sub> )	3.16 (q, J=8 Hz, 1H, CH <sub>2</sub> ) 3.31 (dd, J <sub>1</sub> =16 Hz, J <sub>2</sub> =4 Hz, 1H, CH <sub>2</sub> ) 4.35 (q, J=8 Hz, 1H, CH <sub>2</sub> )	3.38 (m, J <sub>1</sub> =8 Hz, J <sub>2</sub> =4 Hz, 2H, CH <sub>2</sub> ) 4.48 (m, J=8 Hz, 1H, CH <sub>2</sub> )

\*Ver espectros en el anexo de este documento.

Tanto la Cistina MR como la Cistina AE01b tienen características espectroscópicas muy similares, podemos concluir sin duda que ambos estándares pueden fungir como material de referencia pues tienen la misma composición química, esto es debido a que ambos lotes corresponden a L-cistina. La cistina PE muestra un comportamiento diferente al presentado por los otros estándares, sin embargo la caracterización también permite confirmar que el estándar cistina PE puede ser empleado como material de referencia, las señales correspondientes al CH y CH<sub>2</sub> coinciden con lo esperado tanto al comparar los espectros como con lo reportado en tablas, La diferencia en la multiplicidad de las señales es debido a que en el caso de la cistina PE tenemos una mezcla de los compuestos D-cistina y L-cistina por lo que cada subgrupo de señales se ve duplicado, al igual que la multiplicidad de las señales, la integración corresponde a dos protones (CH<sub>2</sub>) correspondientes a los protones del metileno vecino al grupo mercapto (s-s) y el multiplete de la posición 4.48 integra a un protón correspondiente al CH vecino al grupo amino. En la siguiente estructura se muestra la posición de los protones correspondientes a las señales encontradas en el espectro de RMN.

Figura 4. Fórmula molecular de la cistina



#### 4.3. Análisis mediante Análisis Térmico

Por medio de la técnica de análisis térmico se compararon los espectros de absorción térmica así como el punto de fusión de los compuestos, la técnica empleada permite determinar la pureza de las sustancias, sin embargo por la naturaleza de la cistina (péptido) no es posible determinar su pureza debido que con el aumento de la temperatura la cistina se descompone por lo que la pureza disminuye, esto se observa gráficamente al obtener bandas “anchas” y no una banda tipo “aguja”. Al igual que en los estudios previos se observa que los tres lotes presentan un comportamiento similar. Los datos obtenidos se resumen a continuación:

Tabla 50. Resultados obtenidos por Análisis Térmico

Análisis Térmico		
Cistina MR	Cistina AE01b	Cistina PE
Pureza DSC: 43.086 % Pf. 254.95 °C	Pureza DSC: 69.137 % Pf. 250.74 °C	Pureza DSC: 92.802 % Pf. 233.16 °C

\*Ver espectros en el anexo de este documento.

Conclusión del estudio espectroscópico: Tanto el material de referencia con trazabilidad “Cistina MR” como los diferentes lotes de cistina usados por el laboratorio tienen un comportamiento espectroscópico y calorimétrico similares, también se confirma la alta pureza de los materiales (al no mostrar bandas de absorción en IR y en RMN diferentes a lo esperado así como por su comportamiento similar mediante el análisis de DSC. Por lo tanto dichos materiales adquieren la trazabilidad asociada a la cistina MR por lo que pueden emplearse para la validación del método.

5. Estimación de la incertidumbre de la medición.

La estimación de la incertidumbre en la medición de análisis elemental se realiza por medio de la contribución de los factores que afectan la misma, en el presente documento se simplifican los resultados (para mas detalle ver el protocolo para la determinación de la incertidumbre de análisis elemental). La incertidumbre expandida por elemento es:

Tabla 51. Incertidumbre expandida para el método de análisis Elemental

Incertidumbre expandida			
Carbono %	Hidrogeno %	Nitrógeno %	Azufre %
0.743	0.480	0.769	1.039

6. Evaluación del límite de detección y del límite de cuantificación.

Tanto el limite de detección como el limite de cuantificación se obtienen por la medición de 5 blancos, dichos blancos contienen KBr de alta pureza con los cuales se determina la desviación estándar para C. H. y N. en el caso del azufre se midieron 5 muestras de Acetanilida PE, el cual es un estándar que no contiene azufre en su estructura química pero si CHN. Los resultados se presentan en % en peso:

Tabla 52. Resultados del análisis de Bromuro de Potasio

Compuesto	Carbono %	Hidrogeno %	Nitrógeno %	Compuesto	Azufre %
KBr	0.114	-0.008	0.241	Acetanilida	0.16
KBr	0.155	0.032	0.521	Acetanilida	0.12
KBr	0.169	0.153	0.228	Acetanilida	0.13
KBr	0.087	0.046	0.423	Acetanilida	0.14
KBr	0.094	0.175	0.404	Acetanilida	0.03
Media	0.1238	0.0796	0.3634		0.1160
Desviación	0.03659	0.07993	0.12585		0.05030

Con los datos previos se considera que el límite de detección es 3 veces la desviación estándar del blanco y el límite de cuantificación es 10 veces la desviación estándar de la lectura de los blancos.

Tabla 53. Limite de detección y cuantificación para el equipo de Análisis Elemental.

	Carbono %	Hidrogeno %	Nitrógeno %	Azufre %
Limite de Detección	0.1098	0.2398	0.3776	0.1509
Limite de Cuantificación	0.3659	0.7993	1.2585	0.5030

7. Calibración instrumental y elaboración de gráficos control

La calibración instrumental y la posterior construcción de gráficos de control no son un elemento obligatorio para la validación del método, sin embargo la información que se deriva de ellos es una herramienta muy importante en el aseguramiento de la calidad y de los resultados por lo que se decidió incluir este apartado dentro del documento de validación.

La calibración utilizada se considera calibración instrumental pues se lleva a cabo mediante el uso de estándares caracterizados por el laboratorio y se realiza por la obtención del factor de respuesta denominado “Factor K” el cual se determina de la siguiente manera:

Determinación del Factor K

Este tipo de calibración funciona para el análisis de muestras sólidas y líquidas tomando como base las siguientes ecuaciones (que el software del equipo realiza automáticamente), para el cálculo del contenido de cada elemento determinado:

$$FactorK = \frac{(Peso_{es\ tan\ dar})(\%Teórico_{es\ tan\ dar})}{Area_{es\ tan\ dar} - Area_{blanco}} \dots\dots\dots(12)$$

La determinación se realiza pesando un solo tipo de compuesto, el cual puede o no contener azufre dependiendo del tipo de muestras a analizar. Si las muestras que se requieren analizar contienen azufre en su estructura química, se debe utilizar un estándar que contenga este elemento.

La metodología general para efectuar esta calibración involucra la siguiente secuencia de análisis:

Tres blancos de azufre.

- Un acondicionador.
- Un blanco de azufre.
- Un acondicionador.
- Un blanco de azufre.
- Tres factores K como mínimo.

Inmediatamente después de la secuencia de análisis previa se introduce cistina MR (MRC) y se verifican que los resultados estén dentro de los límites de aceptación. Durante el transcurso del día se pueden introducir mas cistinas MR como control de los resultados. El promedio de los resultados de los análisis de los estándares introducidos se tomaran para la construcción de los gráficos de control.

Elaboración de los gráficos control

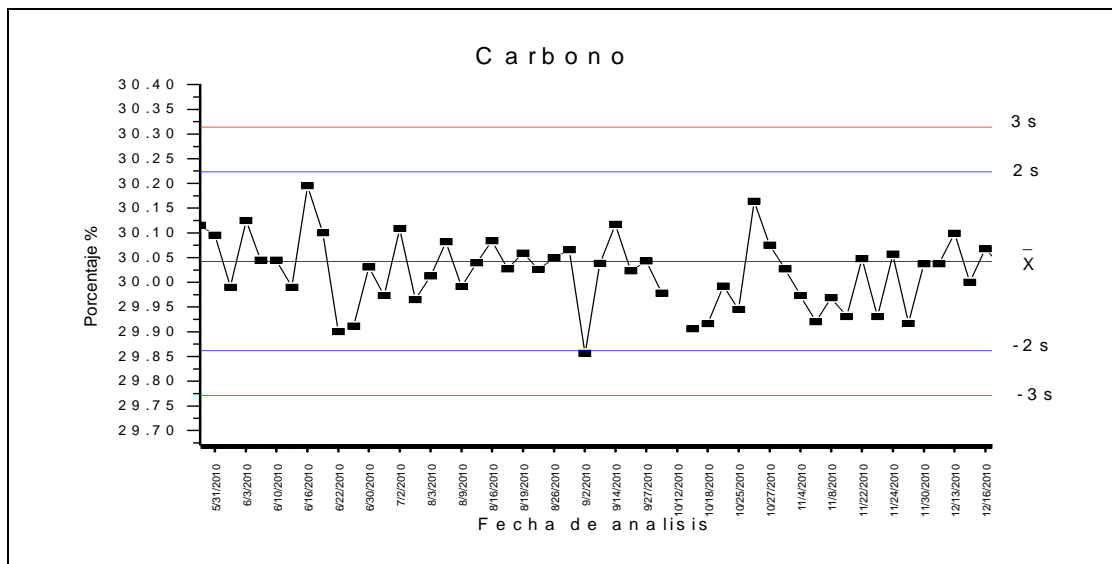
Los gráficos control son el producto del análisis de cuando menos 21 puntos de cistina, dichos análisis deben realizarse en condiciones de reproducibilidad y tomando el promedio de los análisis realizados en un mismo día de trabajo. Con las mediciones se obtiene la media  $\mu$  y la desviación estándar  $s$ . Los límites se calculan de la siguiente manera:

$$LCS = \mu \pm 3s \dots\dots\dots(13)$$

$$LCI = \mu \pm 2s \dots\dots\dots(14)$$

$$LC = \mu \dots\dots\dots(15)$$

Figura 5. Grafico resultante para Carbono



En el anexo de este documento se agregan los gráficos de control por cada elemento.



Una vez obtenido el gráfico, el análisis de cistina solo se adicionara a la misma y se verificara que el resultado este dentro del margen de aceptación, es decir dentro de 2s o como alerta dentro del área de 3s. Si el promedio de los análisis de cistina MR cumple con el criterio previo se considera que los resultados son validos.

8. Referencias:

- a. NMX-EC-17025-IMNC-2006 *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración”*.
- b. Guía Internacional de EURACHEM / CITAC *“The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics”* Primera versión disponible en Internet, Diciembre de 1998.

## Capítulo 5. Discusión

El producto de esta tesis ***“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios”***, es una propuesta de norma mexicana, para que un laboratorio de investigación y desarrollo (I&D), pueda obtener la acreditación en las pruebas que realiza. Dicho proyecto pretende subsanar la carencia de un documento que pueda usarse en específico para la acreditación de laboratorios que realizan investigación y desarrollo.

La propuesta de norma esta dividida principalmente en dos partes, la primera parte referente a la gestión de la calidad (capitulo 4) y la segunda parte relativa a la competencia técnica (capitulo 5). El capitulo 4 reglamenta la parte administrativa de la organización y esta basado para su elaboración en los criterios estipulados en el apartado 4 de la norma NOM-17025-IMNC-2006, mientras que el capitulo 5, se centra en el establecimiento de requisitos para garantizar que las pruebas analíticas y/o proyectos de investigación son adecuados y por lo tanto, los resultados generados son validos para su aplicación y uso, estos requisitos son el producto de la integración y adecuación de la parte 5 de la norma 17025 y lo establecido en la guía de EURACHEM / CITAC *“Quality Assurance for Research and development and Non-routine Analysis”*.

Para evaluar el documento propuesto, se presenta un manual de calidad para la USAI, en el cual se propone como dar cumplimiento a los requisitos y lineamientos estipulados. Al establecer el manual de calidad se identificaron posibles puntos críticos en el cumplimiento de los requisitos establecidos, lo cual permitió adaptar de una manera óptima la aplicación de dicho documento en laboratorios que realizan investigación y desarrollo en química analítica e instrumental.

A continuación se presentan los puntos que pueden considerarse como “críticos” debido a que en I&D pueden prestarse a diferentes interpretaciones tanto por el personal de la organización como por el equipo auditor encargado de la evaluación.

Sistema de gestión.

En I&D es necesario que las responsabilidades estén claramente definidas y estipuladas entre los investigadores así como el grado de la participación de cada uno de ellos, de modo que se puedan evitar futuros conflictos. Por lo que es deseable que exista un acuerdo por escrito del trabajo a desarrollar y en caso de alguna inconformidad se tiene que resolver, previo al comienzo del proyecto (4.1.4).

El sistema de gestión de la calidad es un proceso que tanto en análisis de rutina como en investigación, conlleva al laboratorio a la implementación de innumerables subprocesos y a la administración de la calidad, por lo que es indispensable que exista la figura del responsable de calidad, el cual es el encargado del sistema. Esta persona puede ser alguno de los integrantes del personal del laboratorio sin embargo es preferible que su principal función sea de la coordinar y

gestionar el sistema de calidad, lo deseable es, contratar a una persona que funja en específico para el puesto siempre y cuando la organización este en condiciones para ello (4.1.5 i).

Los sistemas de calidad mal implementados se traducen en un exceso de documentación y administración, por lo que es crítico que las organizaciones actúen de modo que exista equilibrio entre documentación y control de calidad además de evitar limitar la creatividad del laboratorio para la resolución de problemas (4.2.1). El laboratorio, aun siendo de investigación, no se exenta de presentar un manual de calidad en el cual se tiene que plasmar el compromiso de la alta dirección de la institución (4.2.3 a 4.2.8) como sus procedimientos y políticas.

La modificación de documentos es una labor muy importante, en el momento de identificar un cambio, se deben definir las responsabilidades, tomar acción oportuna y dar un seguimiento adecuado, en caso contrario se cae en malas prácticas documentales, el personal responsable de la modificación tiene que actuar con prontitud (4.3.3 y 4.3.2.2). La generación de protocolos y procedimientos tiene que desarrollarse de tal forma que se evite caer en la creación de protocolos por muestras únicas, agrupar las muestras de acuerdo a sus características reduce significativamente el trabajo documental (4.3.1).

Es fundamental la revisión de pedidos, principalmente la revisión de los métodos y de los requisitos de estos (4.4). El laboratorio puede estipular a sus clientes, con base en su capacidad y recursos, realizar las mediciones analíticas que están a su disposición. Cuando un cliente desconoce las técnicas analíticas, el jefe de la unidad brinda asesoría de las pruebas que le puedan ayudar a resolver la problemática así como la manera en que han de interpretarse los resultados (4.4.1).

En I&D la manera en que un cliente y el laboratorio establecen los requisitos de las mediciones no siempre es sencilla, algunas veces dependen de los resultados generados sobre el transcurso del trabajo y pueden cambiar el rumbo de la investigación, es por ello que la comunicación debe ser adecuada entre ambas partes. Es común que el cliente desconozca totalmente los requisitos, por lo que la responsabilidad de proveer una buena asesoría recae en el laboratorio (4.4.1).

El termino de subcontratación en investigación y desarrollo frecuentemente no es utilizado, en su lugar existe colaboración entre diferentes áreas o diferentes investigadores, en este caso se debe de cumplir de igual forma los requisitos estipulados en el proyecto de norma (4.5, 5.2.3.1).

En términos de servicio al cliente, el sistema de Gestión de la calidad esta enfocado principalmente a la satisfacción de sus clientes y al incremento en la mejora continua; el servicio que recibe un cliente en I&D no exenta este objetivo, sin embargo es muy importante definir hasta que punto el laboratorio debe acatar ese compromiso pues no se debe confundir las prestación del servicio con la capacitación y asesoría al cliente para la resolución de su problema o necesidad (4.7).

Se tiene que tener una política que permita contar con un mínimo de registros de calidad, sin que esto afecte la eficiencia del laboratorio. Es importante encontrar un balance entre la documentación y el tiempo que el personal le dedica (4.8).

#### Requisitos Técnicos

En investigación es igual de importante demostrar la competencia técnica del personal, pues los resultados tienen un alto impacto al actuar como fuente de nuevos conocimientos.

Los principios básicos para la obtención de buenos resultados nos dicen que:

Los requisitos estén acordados entre el cliente y el laboratorio. Este punto es difícil dado que los clientes y/o usuarios se presentan frente al laboratorio con algún problema técnico o analítico, del cual tienen poco conocimiento o se desconoce en su totalidad, por lo que la responsabilidad de prestar asesoría y definir el problema recae en el laboratorio. La institución no tiene la obligación de entrenar y capacitar al cliente, a menos que forme parte del servicio y sea aceptado por el laboratorio. La forma en que un laboratorio puede hacer frente a esta problemática es generando sus propios protocolos técnicos, en los cuales se define claramente el tipo de mediciones analíticas que puede realizar así como la información que se genera de dicho análisis y como esta información puede ayudar al usuario a resolver su problema (5.1.1.1).

La instrumentación y equipo del laboratorio no deben poner en duda los resultados que se generan en ellos, por lo que es importante considerar el estado de calibración. Cuando sea posible se debe llevar un control de resultados, ya sea mediante el análisis de una sustancia de referencia, o un material de referencia certificado (MRC), sin embargo no siempre existe, de acuerdo a la ley mexicana, estos materiales deben de adquirirse en el Centro Nacional de Metrología (CENAM), actualmente la lista que ofrece el CENAM es muy limitada por lo que se permite adquirir materiales en otros organismos como el Nist, Merk, etc. Cuando la institución no cuenta con MRC, se pueden utilizar reactivos proporcionados por el proveedor de los equipos, o utilizar alguna sustancia químicamente estable que permita una medición similar a las muestras a analizar. Esto permite generar estándares internos, con los cuales monitorear estadísticamente el funcionamiento del equipo y prever averías y en su caso detectar tendencias en las mediciones. Para aumentar la confianza en los materiales de referencia no certificados o internos, se puede monitorear la estabilidad de la composición del mismo mediante análisis con otras técnicas analíticas, excepto la técnica en que se emplea como estándar de verificación. En este trabajo se presenta como ejemplo la caracterización de cistina por técnicas espectrométricas y espectroscópicas (5.1.1.2).

Es bien sabido que, el personal involucrado en las mediciones, representa una de las principales contribuciones a la variabilidad de la medición, por lo que se debe hacer énfasis en la capacidad

del mismo. Es idóneo que el personal tenga experiencia en investigación, cuando no es así, la capacitación y supervisión debe ser exhaustiva. Generalmente el personal es contratado de acuerdo a un perfil, de manera que se pueda disminuir el tiempo de capacitación. En I&D es crítico emplear métodos estadísticamente válidos en la calificación de los analistas y demostrar la aptitud del mismo, un estudio de precisión y exactitud es deseable, cuando la cantidad de recursos es limitada, la medición de material de referencia puede ser la pauta para decidir si el personal es apto o no. El personal debe mostrar un alto sentido de compromiso en el desarrollo de los análisis y mantenerse actualizado, es común que en investigación, el personal este involucrado en actividades de docencia lo cual implica una actualización constante (5.1.1.3).

La confianza en los resultados aumenta cuando una organización ajena al laboratorio emite su opinión sobre el mismo, este es el principal objetivo de la acreditación, aun así es requisito que el laboratorio participe en comparaciones inter laboratorios y en auditorías. Cuando existen pruebas que se pueden realizar en diferentes sitios o equipos, los resultados deben ser estadísticamente consistentes (5.1.1.4 al 5.1.1.6).

El control y aseguramiento de la calidad debe proveer de suficiente evidencia y confianza en las mediciones, por lo cual, la política de calidad tiene que adecuarse en todo momento. El análisis por duplicado es aconsejable (cuando la cantidad de muestra lo permite), mediciones de material de referencia, muestras control, mediciones en diferentes equipos, diferente personal, etc. (5.1.1.6).

La generación de un plan de trabajo y protocolo de investigación puede fungir como directriz en la investigación por lo que esta parte es crítica y debe de considerar al cliente para generar objetivos y metas (5.2).

Los métodos generados por el laboratorio tienen que asegurar que las mediciones son adecuadas, para ello es importante la validación de los métodos analíticos, no excluye la estimación de la incertidumbre (métodos cuantitativos), la manera mas aceptada de validación, es por análisis de MRC o por la participación en pruebas de aptitud, en investigación se pueden hacer uso de estándares internos y de la comparación de resultados por medio del análisis de diferentes técnicas analíticas (5.5).

En I&D es de suma importancia que los equipos se encuentran en excelente estado, así mismo el personal que opera los equipos debe de demostrar su habilidad en el manejo y operación de los mismos, usando métodos estadísticamente válidos, en la practica, los estudiantes son los encargados de la manipulación de los equipos, en este caso, al menos debe existir un responsable, el cual será el encargado de capacitar y supervisar a los estudiantes.

En pruebas que requieran que los instrumentos se operen fuera del intervalo de especificación, los resultados deberán ser validados mediante la medición de un estándar, bajo condiciones de análisis lo más parecidas a las condiciones en las que se midieron las muestras.

También es común que algunos instrumentos no estén bajo el control directo del laboratorio o del investigador, cuando ocurra el caso, es primordial que exista evidencia del buen funcionamiento y operación del equipo, así como la validación de los resultados generados, pues el laboratorio quedará como responsable frente al cliente por las mediciones efectuadas en dicho instrumento, es este caso puede existir colaboración entre laboratorios (5.6).

La trazabilidad en Investigación es un punto vulnerable para su cumplimiento, dadas las características propias de las mediciones, siendo un problema común la carencia de MRC trazables al sistema internacional de unidades (SI) o trazables a algún patrón internacional, incluso puede existir la ausencia de un patrón para verificar las mediciones, es en estos casos donde la inventiva o la creatividad de los analistas, juega un papel primordial para establecer alguna sustancia o material parecido a las muestras problema, que pueda ser usada como estándar. Los auditores tienen que tener el mismo criterio para aceptar la validez de dichos materiales, por lo que es deseable que el equipo auditor este conformado por personas con amplia experiencia en I&D (5.7).

El muestreo se considera como una de las principales contribuciones a la incertidumbre de la medición, por lo que se debe poner énfasis en la generación de los planes de muestreo. Es común la práctica de subdividir la muestra original, en este caso es importante demostrar la homogeneidad de la muestra, cuando el cliente provee la muestra, la responsabilidad del laboratorio se limita a la muestra entregada al laboratorio (5.8).

El aseguramiento de la calidad no es una tarea fácil en investigación, sin embargo la certificación del sistema de gestión puede actuar como un detonante del aseguramiento de calidad. Las políticas adoptadas deben permitir detectar tendencias así como garantizar que los resultados son adecuados, lo cual podría confirmarse mediante el análisis de replicas de la muestra. El análisis de los resultados de la muestra control son evaluados por métodos estadísticamente validos y por medio de la construcción de las graficas de control.

## Capítulo 6. Conclusiones

- Mediante el documento *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios”*, se establecen criterios técnicos y administrativos, con lo cual laboratorios que realizan investigación y desarrollo en el área de química analítica e instrumental pueden acreditar su sistema de calidad.
- El manual de calidad propuesto para la USAI demuestra como un laboratorio que desarrolla investigación en química analítica e instrumental aplica y cumple con los requisitos del documento *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de investigación, desarrollo y análisis no rutinarios”*.
- Los documentos de estimación de la incertidumbre, validación de la técnica de CHNS y calificación del equipo, presentan una propuesta para su aplicación en la técnica de análisis elemental y pueden usarse como ejemplo en técnicas analíticas similares, como un ejemplo para su aplicación en el manual de calidad.

## Bibliografía

1. Centro Nacional de Metrología (CENAM), "Guía sobre la calificación de equipo de instrumentos analíticos" Año 2004.
2. Centro Nacional de Metrología (CENAM), "Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en las mediciones químicas que emplean las técnicas de Espectrofotométrica de Absorción Atómica y de Emisión atómica con plasma acoplado inductivamente" Año 2005.
3. Centro Nacional de Metrología (CENAM), "Métodos Analíticos Adecuados a su propósito. Guía de Laboratorio para la Validación de Métodos y Temas Relacionados" Año 2005.
4. Criterios de aplicación de la Norma NMX-EC-17025-IMNC-2006. Manual de procedimientos, Entidad Mexicana de Acreditación A.C. Año 2010.
5. Documento de soporte del Instituto Mexicano de Normalización y Certificación A.C. (IMNC). N525R "Orientación acerca de los requisitos de documentación de la Norma NMX-CC-9001-IMNC-2000".
6. Douglas C. Montgomery "Control Estadístico de la Calidad" Tercera edición Limusa Wiley, 2007 México.
7. Douglas C. Montgomery, George C. Runger "Probabilidad y estadística aplicadas a la ingeniería" Segunda edición, Limusa Wiley, 2007 México.
8. EURACHEM A focus for Analytical Chemistry in Europe, <http://www.eurachem.org/> Marzo 2012.
9. Guía Internacional de EURACHEM / CITAC "Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis" Segunda versión disponible en Internet, 1998. <http://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/qard>
10. Guía Internacional de EURACHEM / CITAC "Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement" Tercera versión disponible en Internet, 2012. <http://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/quam>
11. Guía Internacional de EURACHEM / CITAC "The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics" Primera versión disponible en Internet, 1998. <http://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/mv>



12. Guía Internacional de EURACHEM / CITAC "Traceability in Chemical Measurement. A guide to achieving comparable results in chemical measurement" Primera versión disponible en internet 2003. <http://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/trc>
13. Instituto Mexicano de Normalización y Certificación (IMNC), <http://www.imnc.org.mx/> Marzo 2012.
14. International Organization for Standardization (ISO), <http://www.iso.org/> Marzo 2012.
15. Jerry Banks "Control de Calidad" Primera edición Limusa Noriega editores, 2001 México.
16. Ley Federal Sobre Metrología y Normalización. Última revisión en el diario oficial de la federación 20 de mayo de 1997.
17. Marques de Cantú María José "Probabilidad y Estadística" Primera edición Mc Graw Hill, 1991 México.
18. Norma Mexicana, NMX-CC-10012-IMNC-2004 "Sistemas de gestión de las mediciones – Requisitos para los procesos de medición y los equipos de medición".
19. Norma Mexicana, NMX-CC-10013-IMNC-2002 "Directrices para la documentación de sistemas de gestión de la calidad".
20. Norma Mexicana, NMX-CC-9001-IMNC-2000 "Sistemas de gestión de la calidad – Requisitos".
21. Norma Mexicana, NMX-CC-9001-IMNC-2008 "Sistemas de gestión de la calidad – Requisitos".
22. Norma Mexicana, NMX-CC-SAA-19011-IMNC-2002 "Directrices para la auditoría de los sistemas de gestión de la calidad y/o ambiental".
23. Norma Mexicana, NMX-CH-5725-2-IMNC-2005 "Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición – Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de medición normalizado".
24. Norma Mexicana, NMX-EC-17025-IMNC-2006 "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración".
25. Norma Mexicana, NMX-Z-55-055-IMNC-2009 "Vocabulario Internacional de Metrología – Conceptos fundamentales y generales, términos asociados (VIM)".

26. Rouessac Francis, Rouessac Annick “Análisis Químico Métodos y técnicas instrumentales modernas” Primera edición en español Mc Graw Hill, 2003 España.
27. Sistema Integrado de Información sobre Investigación Científica y Tecnológica (SIICYT), “Informe general del estado de la ciencia y tecnología México 2009” <http://www.siicyt.gob.mx/siicyt/cms/paginas/InfoGralEstCyT0207.jsp>
28. Williams Alex, Principles of the EURACHEM/CITAC guide “Use of uncertainty information in compliance assessment” Accred Qual Assur (2008) 13:633-638.

# ANEXO

## Referencias Cruzadas entre la EURACHEM/CITAC Guide CG2 la NMX-EC-17025-IMNC-2006

EURACHEM/CITAC Guide CG2	NMX-EC-17025-IMNC-2006
4.1-I	4.7.1; 4.1.2; 4.4.1; 5.4.2
4.1-II	5.4; 5.5; 5.6; 5.9
4.1-III	4.1.5 g); 5.2
4.1-IV	5.4.5; 5.6.2.1; 5.6.2.2
4.1-V	5.6; 5.5.1; 5.5.9
4.1-VI	5.6
5	4
5.1.1	4.1.5; 5.2
5.1.2	5.3.3
5.2.1	4.15 c) e) f); 4.2.1; 4.2.2; 4.2.6
5.3.1	4.3; 4.3.1; 4.14; 4.13; 4.13.1.1; 4.13.1.2; 4.13.2.1; 4.3.2.1; 4.3.3.1; 4.3.3.2; 4.3.3.3; 4.13.2.3; 5.4.7;
5.3.5	4.3.2.2 c) d)
5.4	5.2
5.4.1	5.2.1; 5.2.2
5.4.2	4.1.5 f); 5.2.1
5.4.3	5.2.2
5.5	5.5
5.5.1	5.5.1; 5.5.2
5.5.2	5.5.4; 5.5.5
5.5.3	5.5.5 g); 5.5.6
5.5.4	5.6.2.1.2; 5.9.1 a)
5.6.1	4.11.5; 4.14.1; 5.9.1
5.7	4.5
5.7.1	4.5.2
6.4	5.6.3
6.4.1	5.6.3.4
6.5.1	5.6.2.1.2
6.5.3	5.6.2.12
6.5.4	5.6.2.1.1
6.6.3	5.6.2.1.2
6.6.5	5.9.1 a) b)
6.7.1	5.9.1
6.7.2	5.9.1
6.7.3.2	5.7.1
6.7.6	5.10.5
6.8.6	5.4.6
6.8.6.1	5.4.6.1
7.2	5.6.3.2
7.2.2	5.4.7
7.3.3.1	4.13.2.1; 5.4.7.2 b); 5.8.1
7.3.3.2	5.8.4

Grafico de control para Carbono.

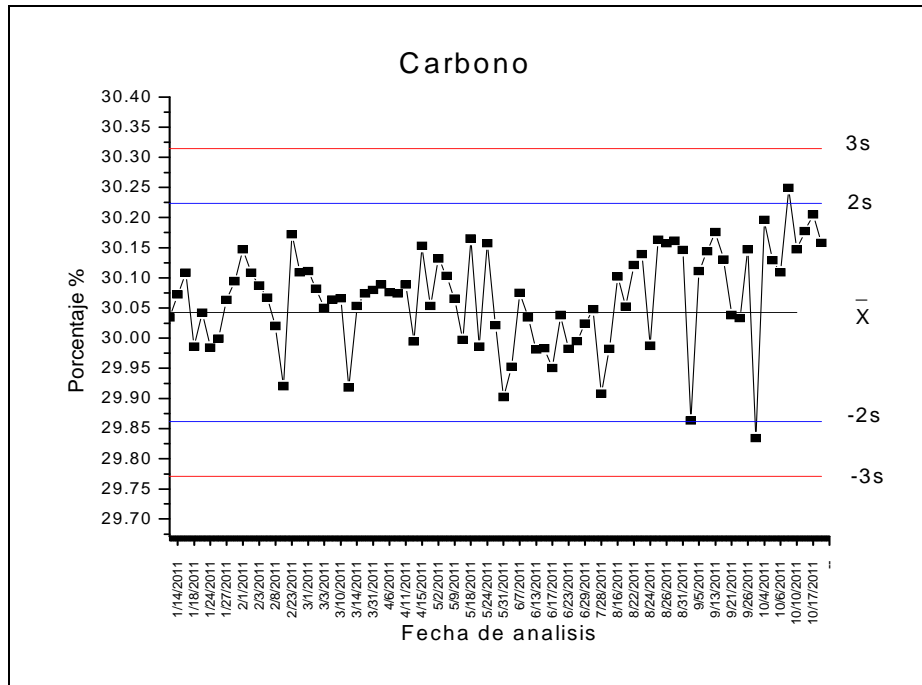


Grafico de control para Hidrogeno.

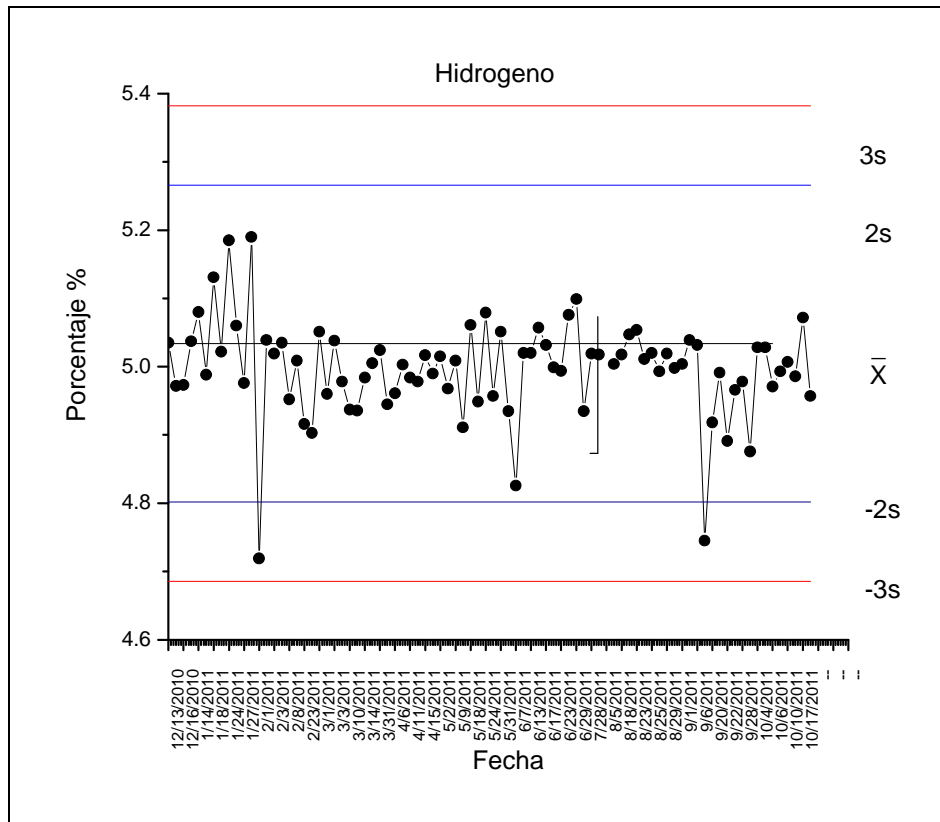


Grafico de control para Nitrógeno.

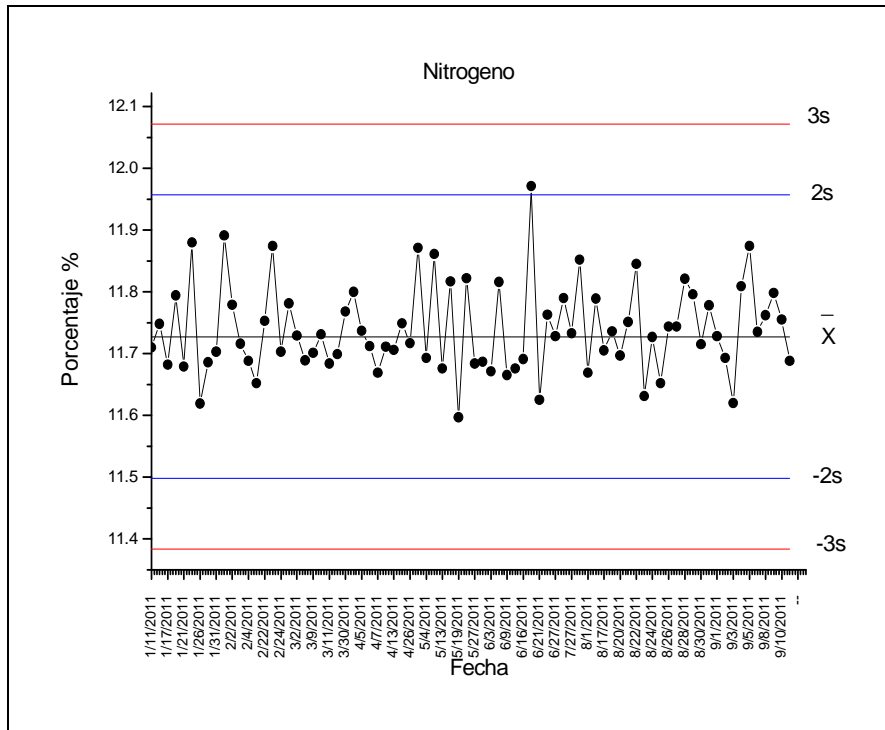
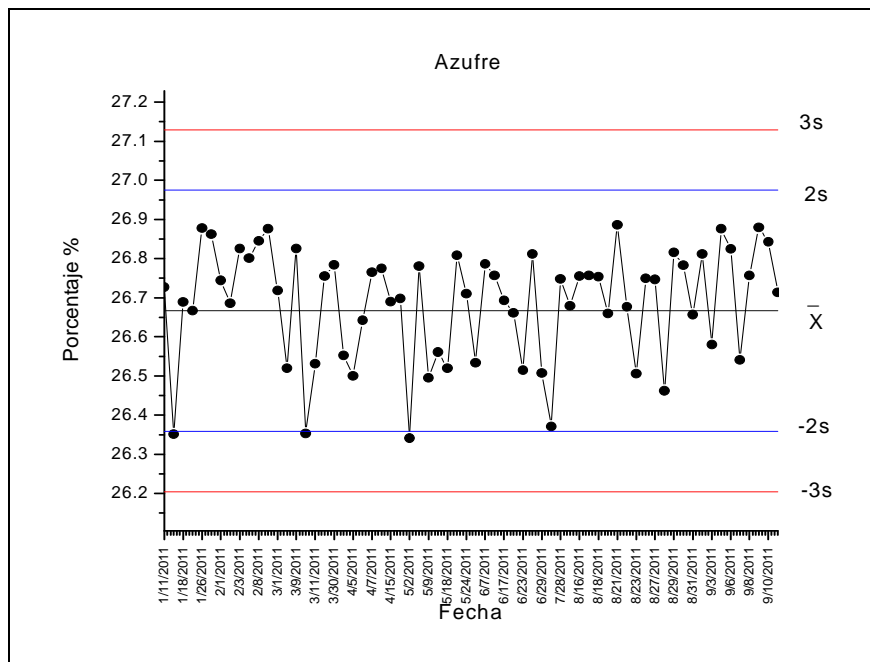
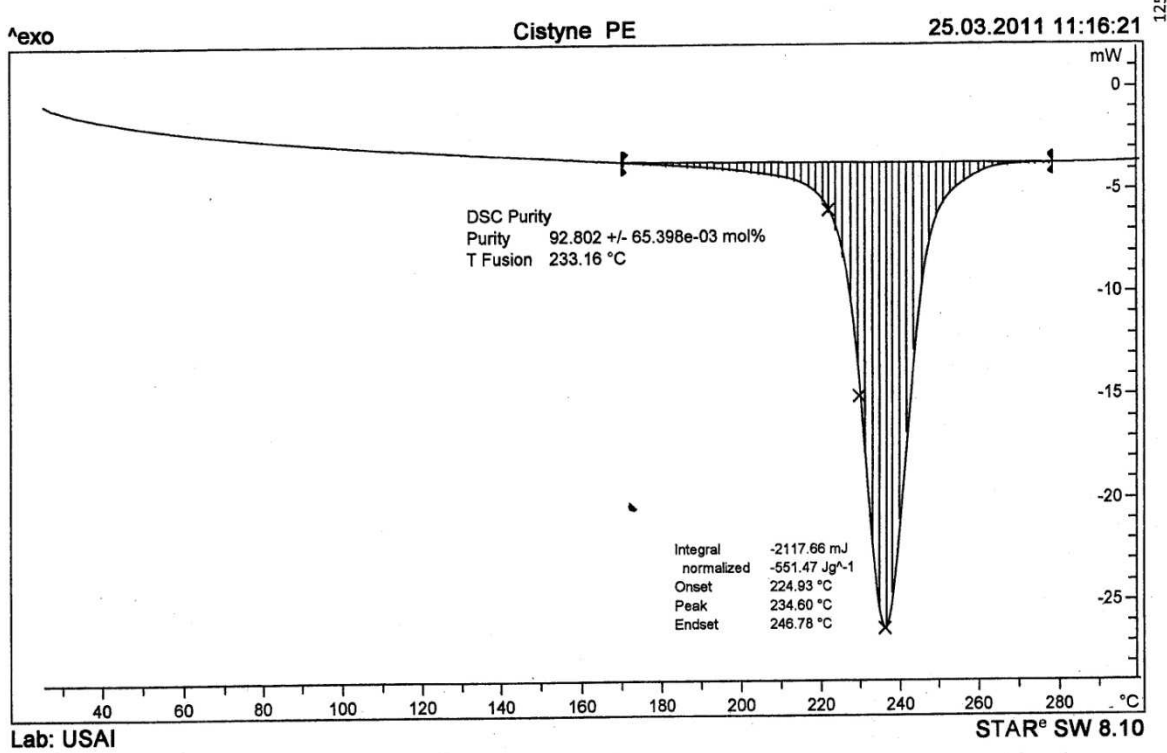


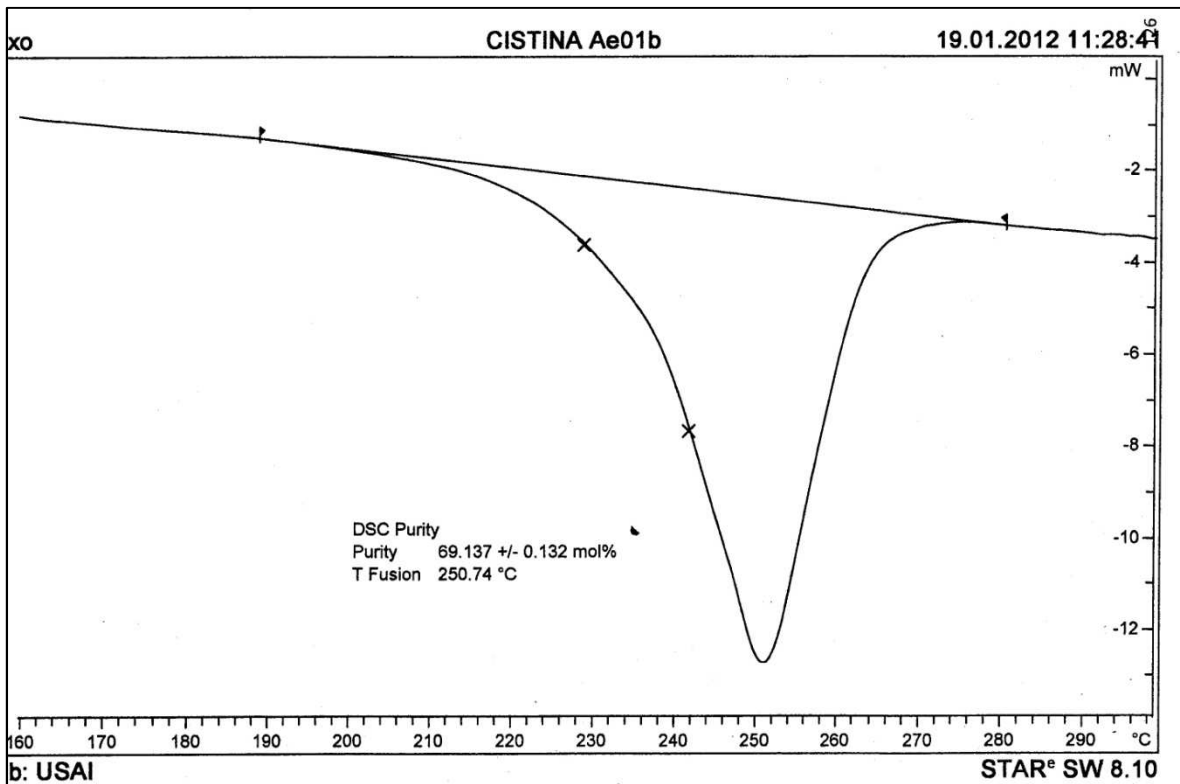
Grafico de control para Azufre.



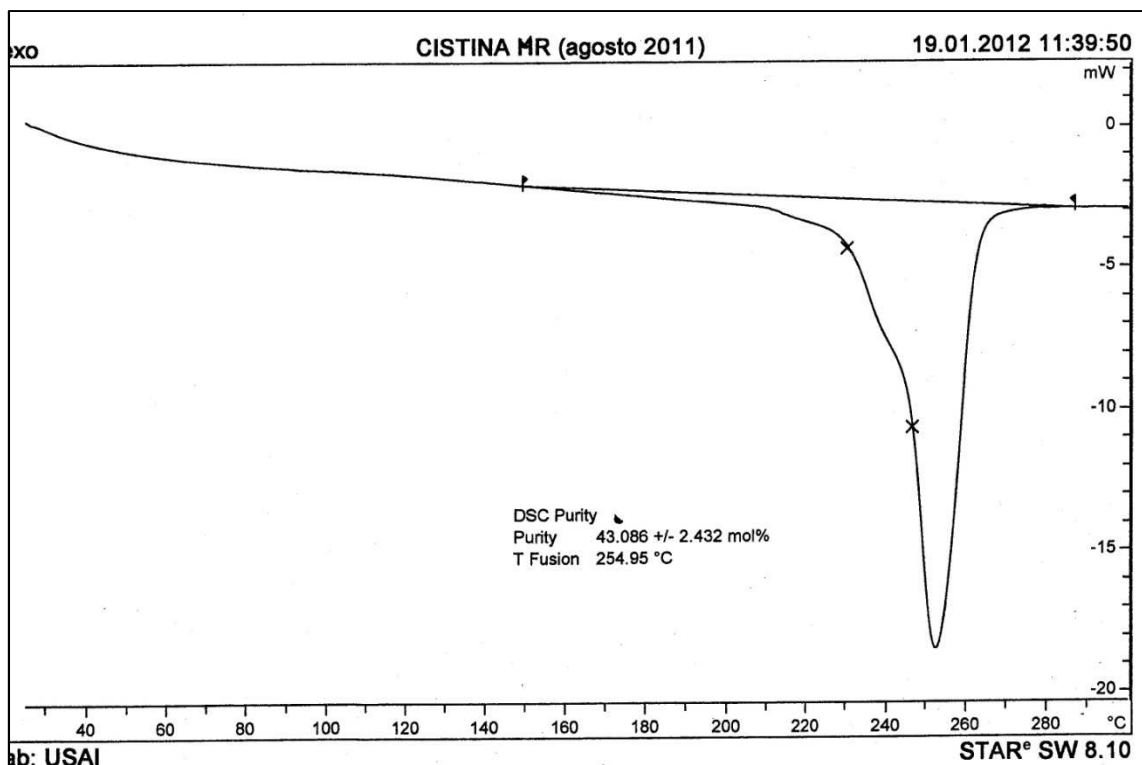
Termograma Cistina PE



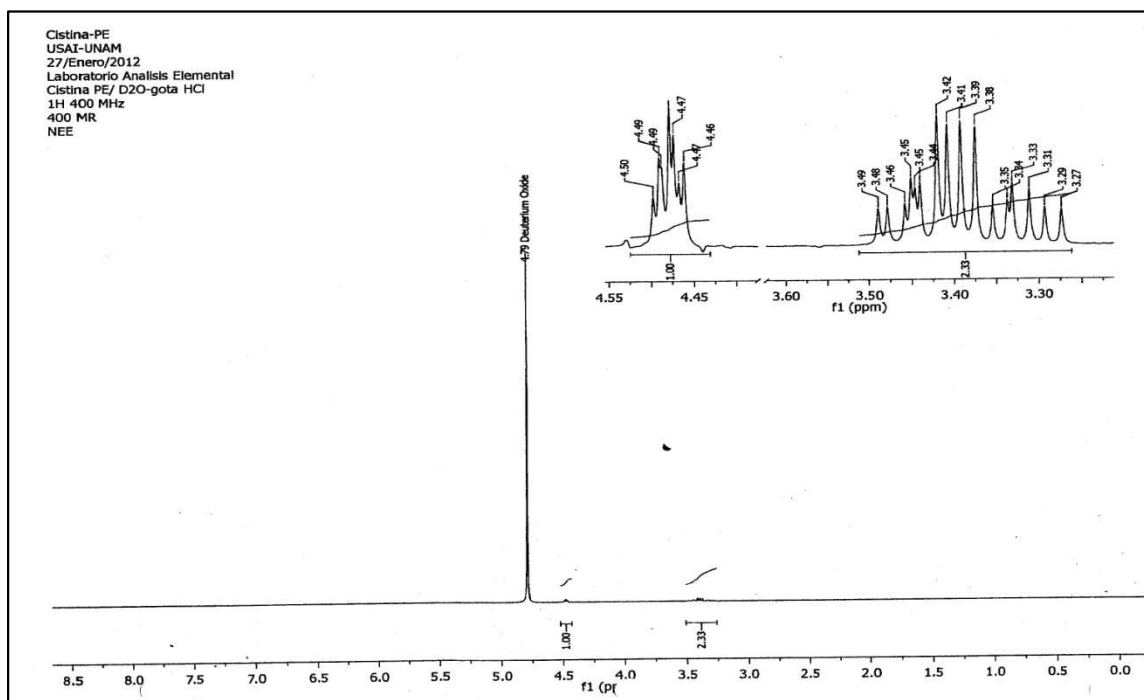
Termograma de Cistina AE



Termograma de Cistina MR

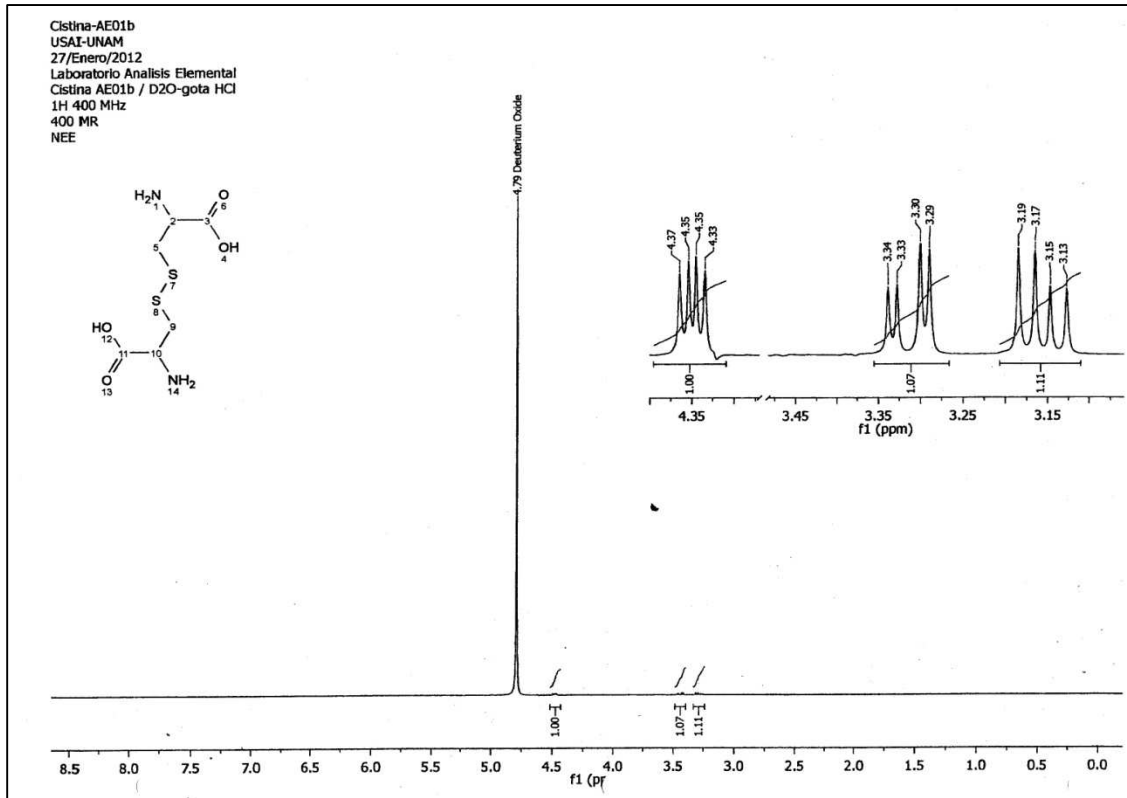


Espectro de RMN de Cistina PE

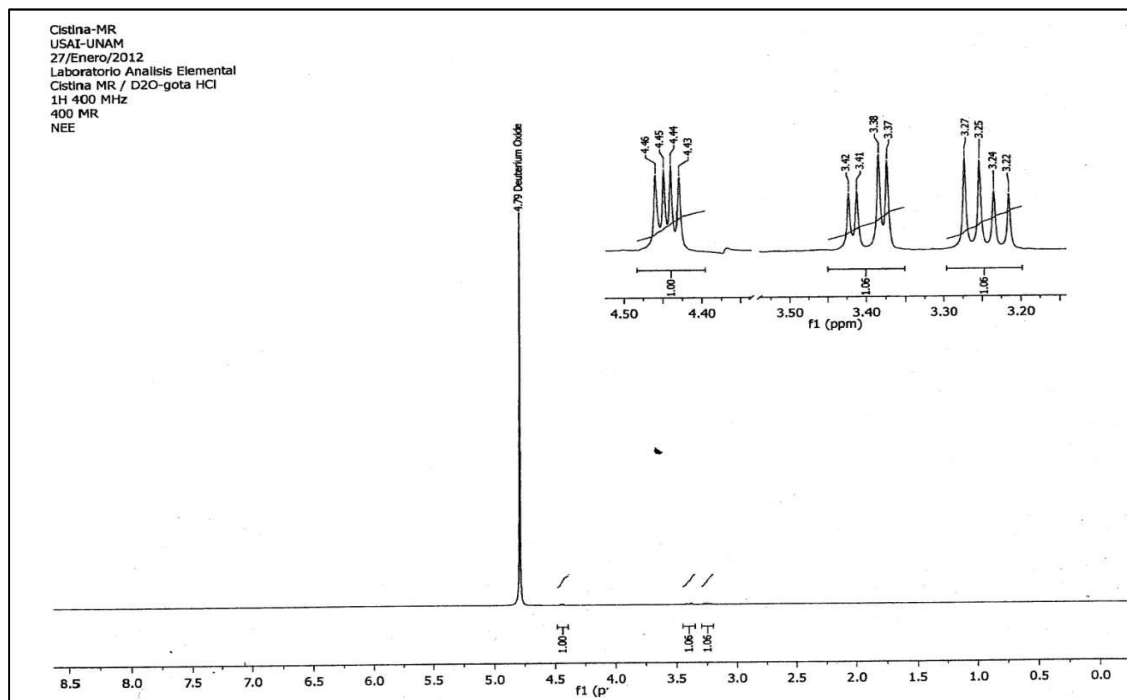




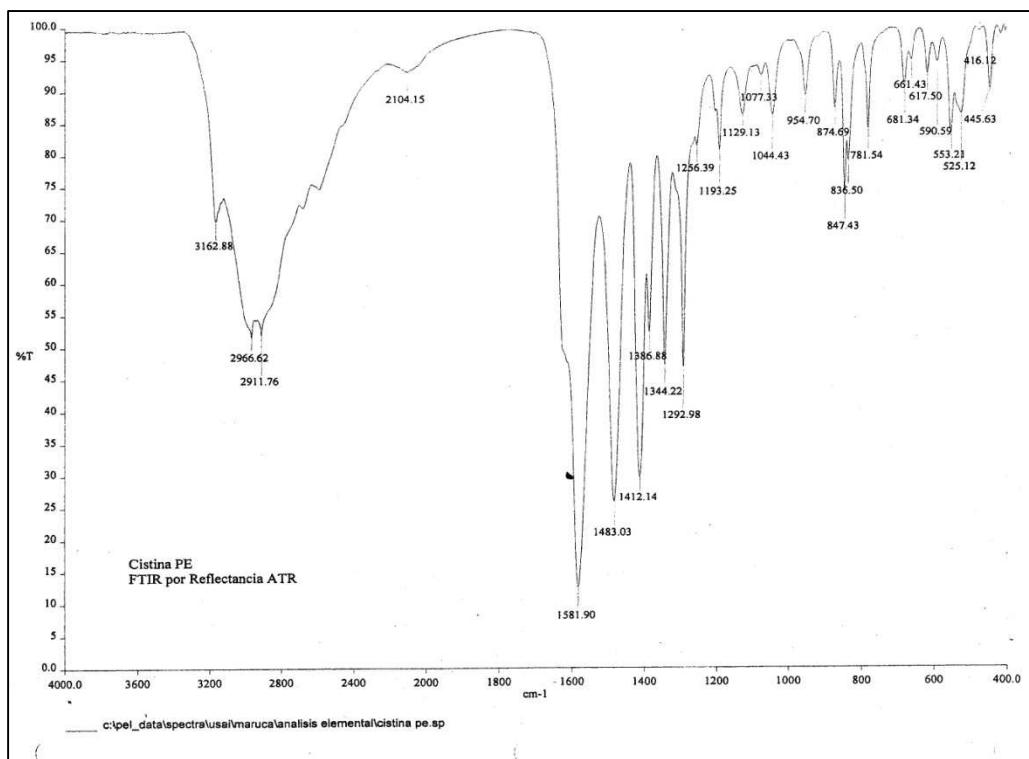
Espectro de RMN de Cistina AE



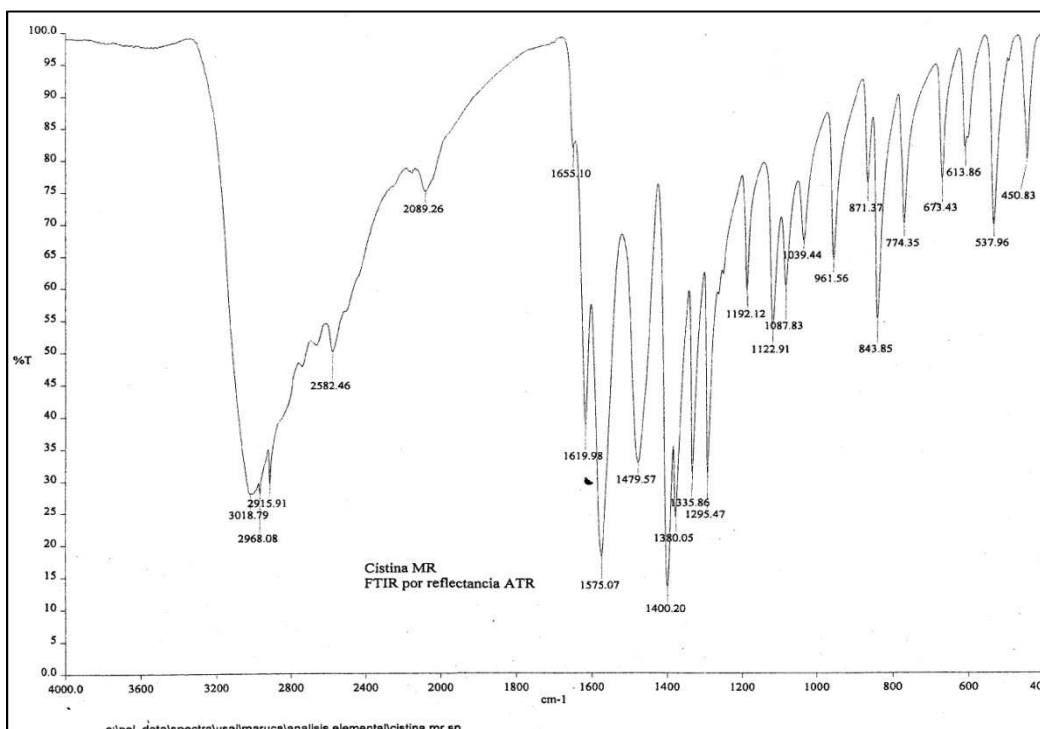
Espectro de RMN de Cistina MR



Espectro de IR de Cistina PE



Espectro de IR de Cistina MR



## Espectro de IR de Cistina AE

