

GARANTÍA DE LA CALIDAD EN LOS LABORATORIOS ANALÍTICOS

PROYECTO EDITORIAL
BIBLIOTECA DE QUÍMICAS

Director:

Carlos Seoane Prado



Queda prohibida, salvo excepción prevista en la ley, cualquier forma de reproducción, distribución, comunicación pública y transformación de esta obra sin contar con autorización de los titulares de la propiedad intelectual. La infracción de los derechos mencionados puede ser constitutiva de delito contra la propiedad intelectual (arts. 270 y sigs. Código Penal). El Centro Español de Derechos Reprográficos (www.cedro.org) vela por el respeto de los citados derechos.

GARANTÍA DE LA CALIDAD EN LOS LABORATORIOS ANALÍTICOS

Ramón Compañó

Profesor del Departamento de Química Analítica
Universidad de Barcelona

Ángel Ríos

Profesor del Departamento de Química Analítica
Universidad de Córdoba



EDITORIAL
SÍNTESIS

Consulte nuestra página web: www.sintesis.com
En ella encontrará el catálogo completo y comentado

Reservados todos los derechos. Está prohibido, bajo las sanciones penales y el resarcimiento civil previstos en las leyes, reproducir, registrar o transmitir esta publicación, íntegra o parcialmente por cualquier sistema de recuperación y por cualquier medio, sea mecánico, electrónico, magnético, electroóptico, por fotocopia o por cualquier otro, sin la autorización previa por escrito de Editorial Síntesis, S. A.

© Ramón Compañó y Ángel Ríos

© EDITORIAL SÍNTESIS, S. A.
Vallehermoso, 34 - 28015 Madrid
Teléf.: 91 593 20 98
<http://www.sintesis.com>

Depósito Legal: M-37796-2010
ISBN: 84-9756-024-8

Impreso en España - Printed in Spain

ÍNDICE

ACRÓNIMOS.....	11
PRESENTACIÓN.....	13
PRÓLOGO.....	15
1. INTRODUCCIÓN A LA CALIDAD.....	17
1.1. Concepto de calidad.....	19
1.2. Componentes básicos de la calidad.....	22
1.3. Calidad total.....	23
1.4. Compromisos de la calidad.....	25
1.5. Implantación de sistemas de la calidad.....	27
1.6. Soportes de los sistemas de la calidad en los laboratorios de ensayo.....	29
Resumen.....	30
Problemas propuestos.....	31
2. REFERENCIAS NORMATIVAS DE LOS SISTEMAS DE LA CALIDAD.....	33
2.1. Normalización. Organismos de normalización.....	34
2.2. Certificación y acreditación.....	37
2.3. El campo voluntario y el campo reglamentario.....	39
2.4. Sistemas genéricos de gestión de la calidad. Serie de normas ISO 9000.....	40
2.5. La norma UNE-EN ISO/IEC 17025.....	43
2.6. Los Principios de las Buenas Prácticas de Laboratorio.....	45
Resumen.....	46
Problemas propuestos.....	48
3. DOCUMENTOS DE LOS SISTEMAS DE LA CALIDAD.....	49
3.1. Tipos de documentos de los sistemas de la calidad.....	50
3.2. El manual de la calidad.....	51
3.2.1. Estructura.....	52
3.2.2. Elaboración.....	53
3.3. Los procedimientos.....	54
3.4. Las instrucciones de trabajo.....	56

3.5. Los registros y otros documentos del sistema de la calidad	57
3.5.1. Registros	57
3.5.2. Registros informatizados	59
3.5.3. Formularios	60
3.5.4. Informes de ensayo	60
3.5.5. Otros documentos	60
3.6. Gestión de la documentación	61
Resumen	62
Problemas propuestos	63
4. ORGANIZACIÓN E INFRAESTRUCTURA DE LOS LABORATORIOS EN LOS SISTEMAS DE LA CALIDAD	65
4.1. Organización y personal	66
4.1.1. Requerimientos normativos respecto al personal	66
4.1.2. Categorías y funciones del personal de un laboratorio	67
4.1.3. Personal de garantía de calidad	69
4.1.4. Ciclo de vida del personal	70
4.1.5. Formación del personal	71
4.1.6. Documentación relativa al personal	72
4.2. Infraestructura	72
4.2.1. Requerimientos normativos respecto a las instalaciones del laboratorio	73
4.2.2. Locales	73
4.2.3. Condiciones ambientales	76
4.2.4. Seguridad e higiene	77
4.2.5. Documentación asociada a las instalaciones y a la seguridad e higiene	78
Resumen	78
Problemas propuestos	79
5. LA CALIDAD EN EL ÁMBITO DE LOS LABORATORIOS ANALÍTICOS.....	81
5.1. Metrología en química	82
5.2. La calidad en el proceso analítico	85
5.3. Propiedades analíticas y metrológicas	87
5.4. La trazabilidad como fundamento de la calidad analítica	88
5.4.1. La trazabilidad en algunas metodologías analíticas	90
5.4.2. La trazabilidad en su faceta de rastreo	93
5.5. Incertidumbre en las medidas y resultados analíticos	94
Resumen	97
Problemas propuestos	98
6. HERRAMIENTAS ESTADÍSTICAS PARA ASEGURAR LA COMPARABILIDAD .	99
6.1. La estadística como herramienta de trabajo en los laboratorios	100
6.2. Conceptos de muestra y población	101

6.3. Parámetros estadísticos característicos de la muestra y la población	103
6.3.1. Parámetros que estiman el valor central	103
6.3.2. Parámetros que estiman la dispersión de resultados	104
6.4. Intervalo de confianza	105
6.5. Comparación de resultados: pruebas de significación	109
6.5.1. Test F	110
6.5.2. Test t	112
6.6. Análisis de la varianza (ANOVA)	115
6.7. Cálculo de incertidumbres	116
6.7.1. Combinación de incertidumbres	118
6.7.2. Procedimiento para evaluar y expresar incertidumbres	118
6.7.3. Procedimiento global para estimar incertidumbres	121
6.7.4. Algunos ejemplos representativos	122
6.8. Expresión de resultados analíticos	130
Resumen	132
Problemas propuestos	133
7. MATERIALES Y MÉTODOS	135
7.1. Las medidas de masa: pesas y balanzas analíticas	137
7.1.1. Pesas de referencia	137
7.1.2. Balanza	140
7.2. Material volumétrico	141
7.2.1. Limpieza del material volumétrico	142
7.2.2. Calibrado del material volumétrico	144
7.3. Disolventes y reactivos	145
7.3.1. Agua	145
7.3.2. Reactivos	146
7.4. Métodos analíticos	147
7.4.1. Clasificación metrológica de los métodos analíticos	148
7.4.2. Clasificación de los métodos analíticos según su origen	150
7.4.3. Otras denominaciones de métodos analíticos	151
Resumen	151
Problemas propuestos	152
8. REFERENCIAS ANALÍTICAS.....	153
8.1. Armonización de unidades a través del Sistema Internacional	155
8.2. Clasificación, definiciones y requerimientos normativos	155
8.2.1. Patrones básicos y patrones químicos generales	156
8.2.2. Patrones analíticos	156
8.2.3. Requerimientos normativos	160
8.3. Materiales de referencia certificados	160
8.3.1. Requisitos de los MRC	160
8.3.2. Preparación de los MRC	163
8.3.3. Selección de MRC en el laboratorio	171

8.3.4. Empleo de MRC en el laboratorio analítico	171
8.3.5. Principales organismos suministradores de materiales de referencia	172
8.3.6. Bancos de datos sobre materiales de referencia	173
Resumen	174
Problemas propuestos	174
9. MUESTREO Y GESTIÓN DE MUESTRAS.....	175
9.1. La toma de muestra en el proceso analítico	176
9.2. El proceso de toma de muestra. Visión general y terminología relevante	180
9.3. Requerimientos normativos	181
9.4. La calidad de la toma de muestra	182
9.5. Aseguramiento de la calidad del proceso de toma de muestra	183
9.5.1. Planificación del proceso de toma de muestra. Plan de muestreo	184
9.5.2. Validación	186
9.5.3. Control de la calidad	187
9.5.4. Evaluación de la calidad	188
9.5.5. Documentación	189
Resumen	190
Problemas propuestos	190
10. GESTIÓN DE LOS EQUIPOS	191
10.1. Requerimientos normativos	193
10.2. El ciclo de vida de los equipos de medida	193
10.3. Características, selección y adquisición de un equipo	194
10.4. Recepción y puesta en servicio	196
10.5. Etapa de funcionamiento rutinario de los equipos	197
10.5.1. Acciones de mantenimiento	198
10.5.2. Calibración	198
10.5.3. Verificación	204
10.5.4. Tratamiento de los equipos defectuosos	205
10.6. Documentación relacionada con la gestión de los equipos	206
Resumen	209
Problemas propuestos	210
11. SELECCIÓN Y VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS.....	211
11.1. Selección de los métodos analíticos	213
11.2. Requerimientos normativos	215
11.3. Concepto de validación de un método analítico	216
11.4. Tipos de validación	217
11.5. Parámetros de calidad	218
11.5.1. Exactitud	218
11.5.2. Precisión	224

11.5.3. Comparación de la exactitud y precisión de dos métodos de determinación de nitrógeno proteico en piensos	225
11.5.4. Límite de detección	227
11.5.5. Cálculo del límite de detección de un método analítico	234
11.5.6. Límite de detección a partir de señales continuas en el tiempo	235
11.5.7. Límite de cuantificación	236
11.5.8. Sensibilidad	237
11.5.9. Intervalo dinámico e intervalo de linealidad	239
11.5.10. Selectividad	240
11.5.11. Robustez	241
11.5.12. Otras características de los métodos analíticos	243
Resumen	243
Problemas propuestos	244
12. ACTIVIDADES DE CONTROL INTERNO DE LA CALIDAD	247
12.1. Control de la calidad	248
12.2. Requerimientos normativos	249
12.3. Actividades de control	250
12.3.1. Análisis de blancos	250
12.3.2. Análisis de muestras de control	251
12.3.3. Análisis de muestras ciegas	252
12.3.4. Correlación de resultados para diferentes características de una misma muestra	252
12.4. Gráficos de control	253
12.4.1. Fase preliminar. Preparación del diagrama	254
12.4.2. Gráficos de Shewhart para valores centrales	256
12.4.3. Gráficos de Shewhart para estimaciones de la dispersión	258
12.4.4. Gráficos de sumas acumuladas (CUSUM)	261
12.5. Aspectos prácticos del control interno de la calidad	263
Resumen	265
Problemas propuestos	266
13. EJERCICIOS DE INTERCOMPARACIÓN.....	269
13.1. Evaluación de la calidad	270
13.1.1. Evaluación de la calidad cualitativa y cuantitativa	271
13.1.2. Evaluación de la calidad interna y externa	273
13.2. Definición y tipos de ejercicios de intercomparación	273
13.3. Ensayos de aptitud	274
13.3.1. Objetivos y características de los ensayos de aptitud	274
13.3.2. Ordenación y tratamiento estadístico de los resultados	276
13.3.3. Evaluación final de los resultados	278
13.4. Ejercicios colaborativos y de certificación	278
13.4.1. Eliminación de resultados discrepantes	279
13.4.2. Análisis de varianza (ANOVA) en ejercicios de intercomparación	282

Resumen.....	282
Problemas propuestos	283
14. AUDITORÍAS	285
14.1. Las auditorías en un sistema de la calidad	286
14.1.1. Tipos de auditorías	287
14.1.2. Revisión del sistema de la calidad	287
14.2. Planificación y realización de las auditorías	288
14.2.1. Fase previa	288
14.2.2. Fase de ejecución	288
14.2.3. Fase de terminación	291
14.3. El equipo auditor	292
14.4. Documentación asociada a las auditorías	293
14.5. Las auditorías en los laboratorios analíticos	294
Resumen	295
Problemas propuestos	295
15. ACREDITACIÓN DE LABORATORIOS	297
15.1. Concepto de acreditación y sus implicaciones	299
15.2. Organismos de acreditación	301
15.3. Proceso de acreditación	302
15.4. Documentos para la acreditación de laboratorios químicos	304
15.4.1. Documentos sobre criterios generales para la acreditación de laboratorios	305
15.4.2. Documentos guía para la acreditación de laboratorios	305
Resumen	308
Problemas propuestos	309
BIBLIOGRAFÍA	311
BIBLIOGRAFÍA GENERAL COMENTADA	314
DIRECCIONES DE INTERNET	316
ÍNDICE ALFABÉTICO	317