	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos PRO-UCCIRT/Lab-03	
	PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	Revisión: 07	Página 1 de 14







	Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:
	Ana Ramos Moreno Especialista UCCIRT	Orlando Lucas Aguirre Director UCCIRT	Roberto Acosta Gálvez Director OCDP
FIRMA			
FECHA	23-11-17	23-11-2017	23-11-2017
	Cristina Toro Vilchez Especialista UCCIRT		
FIRMA			
FECHA	23.11.17.		
	Neil Azabache Especialista UCCIRT		
FIRMA			
FECHA	23-11-17		

TABLA DE CONTENIDO:

1. Objetivo
2. Alcance
3. Referencias
4. Definiciones
5. Descripción
6. Registros
7. Anexos



	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
	PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	PRO-UCCIRT/Lab-03 Revisión: 07	Página 2 de 14

1. OBJETIVO

El presente procedimiento describe las actividades de monitoreo del programa de aseguramiento de la calidad con la finalidad de garantizar la calidad de los resultados reportados.

2. ALCANCE

Los Profesionales y Técnicos de la UCCIRT que realicen métodos de ensayo para el análisis de muestras deben aplicar lo establecido en el presente procedimiento.


Las actividades establecidas en el presente procedimiento aplican tanto a las colaboradoras como a los colaboradores del SENASA, promoviendo la interculturalidad.

3. REFERENCIAS

- Control Estadístico de la Calidad 3^{er} edición Douglas C. Montgomery.
- Standard methods for examination of water and wastewater 21st Edition, 2005.

4. DEFINICIONES

- 4.1 **Aseguramiento de la calidad.** Esta relacionado con las medidas generales tomadas por el laboratorio para garantizar y regular la calidad del servicio ofrecido. Los requerimientos generales para el aseguramiento de la calidad en el laboratorio son: Personal capacitado y competente, equipos e instrumentos calibrados con certificados de calibración, patrones y materiales de referencia, manejo adecuado de las muestras, pretratamiento de las muestras, control de calidad analítico, pruebas de desempeño, control de las condiciones ambientales, reactivos de calidad y documentación adecuada.
- 4.2 **Control de calidad (QC):** Técnicas y actividades operacionales que se usan para cumplir los requisitos de calidad (ISO 8402:1995 Vocabulario relacionado con la calidad).
- 4.3 **Programas de aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayos:** metodologías utilizadas para comprobar y monitorear la validez de los ensayos que realiza el laboratorio. Estos programas son planificados y revisados periódicamente.
- 4.4 **Ensayos de Aptitud:** constituye una herramienta para la evaluación externa de la calidad de los resultados de ensayo o desempeño del laboratorio.
- 4.5 **Ensayos de aptitud interna (Intralaboratorio):** Muestras fortificadas que no son conocidas por el analista (muestras ciegas) y se utilizan como controles para que el supervisor verifique la calidad de los análisis que se están realizando.
- 4.6 **Repetibilidad (r):** grado de concordancia entre los resultados de sucesivas mediciones del mismo mesurando realizadas en las mismas condiciones de

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
	PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	PRO-UCCIIRT/Lab-03 Revisión: 07	Página 3 de 14


medición. (ISO Vocabulario internacional de términos básicos y generales de la metrología: Guía 99: 2007)

Las mismas condiciones significa resultados obtenidos con el mismo método de ensayo, sobre el mismo material de ensayo, bajo las mismas condiciones (mismo operador, mismos equipos, mismo laboratorio y un corto intervalo de tiempo).

- 4.7 **Reproducibilidad (R):** grado de concordancia entre los resultados de sucesivas mediciones del mismo mesurando realizadas en diferentes condiciones de medición. (ISO Vocabulario internacional de términos básicos y generales de la metrología: Guía 99: 2007)
El ensayo se realiza sobre el mismo material de ensayo pero en diferentes condiciones. Esto es: resultados obtenidos con diferentes métodos de ensayo o equipos (reproducibilidad entre métodos), diferentes operadores o analistas (reproducibilidad entre analistas), diferentes laboratorios (reproducibilidad entre laboratorios) o diferente tiempo.
- 4.8 **Valor verdadero convencional (de una magnitud): Valor atribuido a una magnitud particular, y aceptado a veces por convención, porque la representa, con una incertidumbre apropiada, para un fin dado.**
- 4.9 **Mensurando:** Magnitud particular sometida a medición.
- 4.10 **Incertidumbre de medida:** Parámetro, asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mensurando.
- 4.11 **Exactitud de una medición:** Proximidad entre el resultado de una medición y el valor verdadero del mensurando.
- 4.12 **Muestras fortificadas:** Se define como muestra fortificada a una matriz de la misma naturaleza que las muestras a analizar enriquecida con una mezcla de uno o varios analitos/ sustancias cuya concentración sea mayor o igual que al límite de cuantificación y que se analiza con el lote de muestras. Los resultados deben ser registrados y comparados con los valores nominales.
- 4.13 **Materiales de Referencia.** Son materiales que se usan como base, de referencia, por ejemplo reactivos de pureza conocida. Es necesario que la propiedad o el analito de interés sean estables y homogéneos.



- 4.14 **Materiales de referencia certificados.** La caracterización del parámetro de interés en un material de referencia certificado generalmente se controla de manera más estricta que en el caso de material de referencia, y, además se

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
	PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	PRO-UCCIRT/Lab-03 Revisión: 07	Página 4 de 14

certifica el valor caracterizado con una incertidumbre determinada por una institución reconocida. La caracterización normalmente se realiza a través de diferentes métodos, de manera que, en lo posible, se reduzca o incluso se elimine cualquier sesgo en la caracterización.



4.15 **Graficas de control.** La carta o gráfico de control permite controlar estadísticamente un proceso y determinar que los datos obtenidos en el laboratorio están bajo control y son aceptables. Son útiles para vigilar la variabilidad de los procesos de medición en el tiempo, probar la efectividad de las acciones de mejora emprendidas y estimar la capacidad del proceso

4.16 **Abreviaturas**


IUPAC: Internacional Union of Pure and Applied Chemistry

UCCIRT: Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos

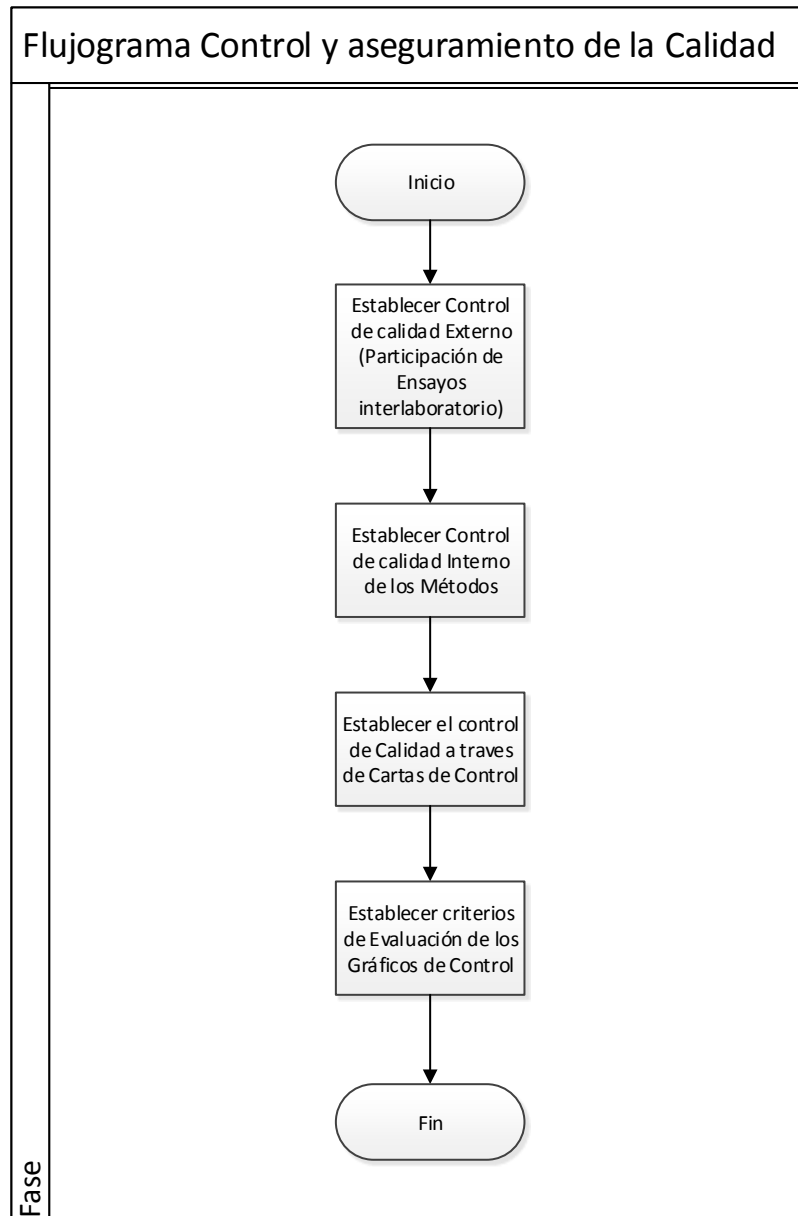
SSC: Supervisor del Sistema de la Calidad.

ST: Supervisor Técnico

SACP: Solicitud de acciones correctivas y preventivas.


	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
	PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	PRO-UCCIRT/Lab-03 Revisión: 07	Página 5 de 14

5. DESCRIPCIÓN



5.1 De la aplicación del Procedimiento

- El ST es el responsable de la implementación y el cumplimiento del presente procedimiento.
- El SSC es el responsable de supervisar el control de calidad aplicado a las muestras analizadas en el laboratorio de la UCCIRT.
- Los Especialistas y técnicos del laboratorio son los responsables de la ejecución, cumplimiento y del presente procedimiento.
- Los especialistas son los responsables de mantener actualizados los gráficos de control. Asimismo, evalúan y toman las acciones pertinentes cuando ocurren.

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
		PRO-UCCIRT/Lab-03	
	PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	Revisión: 07	Página 6 de 14

El programa de aseguramiento de la calidad de los resultados comprende dos tipos de control:

- Control de calidad externo.
- Control de calidad interno

5.2 Control de calidad externo. Las pruebas de competencia y otros tipos de comparación entre laboratorios son importantes para monitorear la trazabilidad a nivel nacional e internacional, ayudan a enfatizar el rendimiento de la reproducibilidad entre laboratorios y los errores sistemáticos; es decir el sesgo.

5.2.1 Participación en Ensayos Interlaboratorio y/o pruebas de competencia.


- El Responsable de aseguramiento de calidad coordina con las áreas y el director del Laboratorio los Interlaboratorio y/o pruebas de competencia nacionales e internacionales en los que participarán durante el año.
- El SSC realiza el seguimiento en cuanto la fecha de arribo de la muestra está cercana.
- El analista que tiene la competencia analítica y realiza habitualmente el ensayo, analiza la muestra.
- Los resultados son revisados por el analista y por el supervisor técnico y remitidos a la entidad organizadora.
- El ST y el especialista encargado evalúan el informe de los resultados del ensayo emitido por la entidad organizadora. Se toma acciones correctivas y/o preventivas de acuerdo a los resultados obtenidos
- El SSC archiva toda la documentación y registra en el REG/UCCIRT/Lab-24 Informe de ensayos de aptitud.

5.3 Control de Calidad Interno.

El control de calidad es esencial para garantizar los resultados reportados por el laboratorio y verificar que se cumpla con los objetivos de calidad establecidos. La ejecución del programa de control de calidad permite monitorear y controlar los procesos analíticos específicos. En el trabajo rutinario, se aplican controles a los métodos de ensayo para verificar que se están comportando de manera esperada. El tipo de control depende de la naturaleza, importancia y frecuencia del análisis, el tamaño de los lotes, el grado de automatización y la complejidad de los ensayos.

Los controles de calidad interno de los métodos se describen en el ítem control de calidad en cada método de ensayo, en donde se incluyen el parámetro de calidad, la frecuencia, criterio de aceptación, acción inmediata en caso de resultados de control de calidad fuera de especificaciones y acciones en casos reiterativos. Según la naturaleza del método, puede incluir los siguientes:

- a) **Blanco de reactivo:** Se obtiene a través un análisis completo realizado usando únicamente los solventes y/o reactivos sin la presencia de la muestra (La muestra puede ser sustituido por agua ultrapura). Permiten detectar errores positivos debidos a sustancias interferentes del sistema analítico o de la matriz o a cantidades del propio analito introducidas durante el proceso

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
	PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	PRO-UCCIIRT/Lab-03 Revisión: 07	Página 7 de 14

analítico. El blanco de reactivo no debe originar señales interferentes que sugieran contaminación esporádica.

- b) Blanco de matriz:** Material (una muestra o una porción o extracto de una muestra) que se conoce que no contiene niveles detectables del analito (s). Se usa para evaluar la contribución de los componentes de la matriz. Son difíciles de obtener pero dichos materiales son necesarios para dar un estimado realista de las interferencias que se podrían encontrar en el análisis de las muestras. El blanco de matriz no debe originar señales interferentes.
- c) Soluciones/ Materiales fortificados.** Son materiales o soluciones que se han fortificado con el analito de interés. El fortalecimiento se realiza generalmente mediante adiciones, con una cantidad conocida de analito, permite el incremento en la respuesta del analito que se va a medir y calcular una cantidad equivalente a la cantidad agregada, bajo el supuesto de 100% de recuperación. La exactitud del método esta basada en el porcentaje de recuperación del material fortificado para los análisis cuantitativos y la respuesta positiva para los análisis cualitativos.
- d) Duplicados.** Mediante los análisis de duplicados se controlan los cambios en la precisión de un proceso analítico que pueden afectar negativamente el resultado. Los duplicados pueden estar adyacentes en un lote (para controlar la repetibilidad) o ubicadas aleatoriamente (para controlar la desviación). La precisión del método se documenta y controla mediante la desviación promedio relativa (RPD), desviación estándar relativa (RSD) o la respuesta positiva para los análisis cualitativos. La precisión se expresa como la desviación estándar relativa (RSD) o como la desviación promedio relativa (RPD) de las muestras duplicadas.

$$RSD = CV = 100 \times \frac{\sigma}{X}$$


Donde:

RSD = desviación estándar relativa
 CV = coeficiente de variación
 σ = desviación estándar
 X = promedio aritmético de la medición

- e) Muestras de control.** Puede ser un material de referencia certificado, un material de referencia o una muestra estándar control preparada en el laboratorio a partir de una fuente diferente al estándar de calibración, la cual es usada para determinar la exactitud y es expresada como el porcentaje de recuperación.

El porcentaje de recuperación se calcula para las adiciones en el solvente o en el estándar adicionado como sigue:

$$\% \text{ Recuperación} = 100 \times X / K$$

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
	PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	PRO-UCCIRT/Lab-03 Revisión: 07	Página 8 de 14

Donde:

X= valor observado

K= valor conocido

La exactitud para las muestras adicionadas en las matrices naturales se calcula como sigue:

$$\text{Recuperación} = 100 \times (X_s - X_\mu) / K$$

Donde:

X_s = valor medido para la muestra adicionada

X_μ = valor medido para la muestra sin adición


K = valor conocido de la adición en la muestra

- f) **Estándares de control ó verificación.** (cuando sea aplicado en el método de ensayo)
Son estándares o patrones de calibración que se usan para preparar y verificar la curva de calibración. Se colocan de manera intercalada en un lote analítico y permiten controlar que la respuesta del proceso analítico al analito sea estable. Se usan para detectar errores del método analítico, en el proceso, errores del analista o contaminación en el laboratorio.
- g) **Calibración**
Para la curva de calibración se trabaja con distintas concentraciones entre tres y siete, las cuales dependerán del método de ensayo. Se grafica la respuesta (área, altura o relación de áreas/ alturas en el caso de utilizar Standard interno y absorbancia) en función de la masa de la sustancia utilizada y se efectúa el tratamiento estadístico de los datos, se determina:
- Ordenada al origen
 - Pendiente (sensibilidad)
 - Coeficiente de correlación
- h) **Control Positivo:** Cepa de referencia que se utiliza para verificar el crecimiento en los medios de cultivos.
- i) **Control Negativo:** Cepa de referencia que se utiliza para verificar la selectividad del medio de cultivo, resultado la inhibición del crecimiento.
- j) **Blanco:** Medios de cultivo que no se sembraron muestras ni controles positivos, por lo tanto no hay crecimiento.

5.4 Cartas Control

Las cartas control son utilizadas como herramienta para establecer un control de calidad, generado por una base de datos, con valores límites y tendencias.

El laboratorio se utiliza dos tipos de carta control: Gráficos de Exactitud o promedio y Gráficos de Precisión y se registra en REG-UCCIRT/Lab-63

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
	PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	PRO-UCCIIRT/Lab-03 Revisión: 07	Página 9 de 14

5.4.1 Gráficos de Exactitud o promedio (muestra control y recuperaciones).

Este tipo de gráfico se puede construir a partir de blancos reactivos, estándar de control del laboratorio, blancos fortificados, matrices fortificadas y subrogados. Se considera como valores el porcentaje de recuperación. Y se construye a partir de los datos obtenidos de la validación del método de ensayo respectivo. Los resultados son ingresados a las cartas momento después que las muestras hayan sido analizadas.

El gráfico de exactitud incluye niveles de advertencia superior (LSA) e inferior (LIA), calculados del valor promedio $\pm 2 Sd$ y niveles de control superior (LSC) e inferior (LIC) calculados del valor promedio $\pm 3 Sd$, donde Sd representa la desviación estándar.

Estos valores son obtenidos de las mediciones de los materiales de referencia. El número de mediciones se considera n o $n-1$ y se usa para determinar la desviación estándar específica relativa a límites estadísticos de confianza del 95% para límites de advertencia y 99% para límites de control.

5.4.2 Gráficos de Precisión, Rango vs. Tiempo (duplicados)

Las cartas de precisión, es construida del promedio y la desviación estándar relativa de un número de mediciones del analito de interés.

La construcción de la línea central y los límites de control y advertencia, provienen de los resultados de la validación o los indicados en los métodos estándares.


Para los gráficos de precisión solo son significativos, los límites de advertencia y límites de control superiores.

5.5 Criterios de Evaluación de los Gráficos de Control:

- 5.5.1 En caso que una de las mediciones exceda el límite de control (LC), se repite el análisis de la muestra o lote de muestra inmediatamente. Si la medición repetida está dentro del LC, continúe el análisis; si excede el LC, discontinúe el análisis o no reporte el resultado del análisis y corrija el problema. Si no es posible repetir el análisis por motivos técnicos no reporte resultados.

En el caso de análisis multiresiduos de plaguicidas en frutos y vegetales, si la recuperación individual es inaceptablemente alto (mayor a 140%) o superior al límite de control y no se detecta residuos en las muestras, entonces no es necesario reanalizar las muestras para probar la ausencia de residuos, reporte el análisis y anote las observaciones del analista e investigue las causas.

- 5.5.2 Si 3 de 4 puntos sucesivos exceden el límite de advertencia, analice otra muestra o lote de muestra, si el siguiente punto está dentro del límite de advertencia, continúe el análisis, si el siguiente punto excede el límite de advertencia, evalúe el sesgo potencial y corrija el problema. Si no es posible repetir el análisis por motivos técnicos no reporte resultados.

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
	PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	PRO-UCCIRT/Lab-03 Revisión: 07	Página 10 de 14

5.5.3 Si siete mediciones sucesivas están en el mismo lado de la línea central, evalúe las causas y/o actualice nuevos valores de los límites.

5.5.4 *El SSC evalúa mensualmente los gráficos de control de los diferentes métodos para determinar las tendencias y registra en REG-UCCIRT/Lab-68. "Evaluación de cartas de control de métodos de análisis" y cuando detecta desviaciones a los criterios de los ítems 5.5.1, 5.5.2 y 5.5.3 lo registra en el registro REG-UCCIRT/Lab-15 Registro de Trabajo de Ensayo no Conforme y toma acciones preventivas o correctivas según corresponda.*

6. REGISTROS

- REG-UCCIRT/Lab-15 Registro de Trabajo de Ensayo no Conforme
- REG-UCCIRT/Lab-24: Informe de Pruebas de Proeficiencia y test.
- REG-UCCIRT/Lab-63: Gráficos de control
- REG-UCCIRT/Lab-68: *Evaluación de cartas control de Métodos de Análisis*

7. ANEXOS

No Aplica.



**OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO
Y PRODUCCIÓN**

Unidad del Centro de
Control de Insumos y Residuos
Tóxicos

PRO-UCCIRT/Lab-03

PROCEDIMIENTO: CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Revisión:
07

Página
12 de 14

REG-UCCIRT/Lab-24: INFORME DE PRUEBAS DE PROEFICIENCIA Y TEST

PROVEEDOR	FECHA PARTICIPACION	SERVICIO ANALITICO	MATRIZ	ANALITO	RESULTADO PROMEDIO	UNIDAD	Z-Score	RECUPERACION %	EXACTITUD %	PRECISION %	ACCIONES CORRECTIVAS	ENCARGADO DEL ENSAYO

REG-UCCIRT/Lab-68 EVALUACION DE CARTAS CONTROL DE METODOS DE ANALISIS

METODO: _____ Código: _____

Año: _____

Mes	Evaluacion de Criterios de control (5.5.1) Conforme/No Conforme	Evaluacion de tendencia (5.5.2 y 5.5.3) Conforme/ No Conforme	Trabajo de ensayo No conforme REG-UCCIRT/Lab-15 (SI o NO)	Observaciones	VºBº
ENERO					
FEBRERO					
MARZO					
ABRIL					
MAYO					
JUNIO					
JULIO					
AGOSTO					
SEPTIEMBRE					
OCTUBRE					
NOVIEMBRE					
DICIEMBRE					