

**IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BASADO EN
LOS REQUISITOS DE LA NTC-ISO/IEC 17025 EN EL LABORATORIO DE
CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS, AGUAS Y SUPERFICIES DEL
GRUPO DEL VALLE PARA LOS PARÁMETROS DE pH, TURBIDEZ,
ALCALINIDAD Y DBO₅**

NATHALY PORTILLA NASPIRÁN

**UNIVERSIDAD DE NARIÑO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
SAN JUAN DE PASTO
2015**

**IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BASADO EN
LOS REQUISITOS DE LA NTC-ISO/IEC 17025 EN EL LABORATORIO DE
CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS, AGUAS Y SUPERFICIES DEL
GRUPO DEL VALLE PARA LOS PARÁMETROS DE pH, TURBIDEZ,
ALCALINIDAD Y DBO₅**

NATHALY PORTILLA NASPIRÁN

**Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de
químico**

Director

**Ph.D. JUAN JOSÉ LOZADA CASTRO
Ciencias Químicas**

**UNIVERSIDAD DE NARIÑO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
SAN JUAN DE PASTO
2015**

Las ideas y conclusiones aportadas en el presente trabajo de grado son responsabilidad exclusiva del autor.

Artículo 1^o del acuerdo N° 324 del 11 de octubre de 1966, emanado por el Honorable Consejo Directivo de la Universidad de Nariño.

Nota de Aceptación:

Ph.D. Juan José Lozada Castro

Director

Dairo Estrada Portillo

Jurado

William Albarracín

Jurado

San Juan de Pasto, Noviembre de 2015

DEDICATORIA

*A mis padres, por sobrevivir conmigo a este camino
A mi hermana, por acudir siempre al momento de llamarla
A la química, por ser vieja y auténtica*

RESUMEN

El Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies (LBA) del GRUPO DEL VALLE realiza, entre otras actividades, el análisis microbiológico y fisicoquímico de muestras de agua tratada, tratada envasada, cruda y residual. Se requiere llevar a cabo el proceso de acreditación ante el IDEAM de dicho laboratorio. Se realiza la documentación de un Sistema de Gestión de Calidad bajo la NTC-ISO/IEC 17025 y su implementación en los métodos analíticos de determinación de pH, turbidez, alcalinidad y demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅). Se presenta la validación de los métodos: potenciométrico SM 4500 H⁺-B para la determinación de pH, nefelométrico SM 2130-B para determinación de turbidez, volumétrico SM 2320-B para determinación de alcalinidad y el método de incubación-electrométrico SM 5210-B – SM 4500 O-G para determinación de DBO₅, se evaluaron los siguientes parámetros de validación: precisión, veracidad, rango lineal, sensibilidad, efecto matriz, límite de detección, límite de cuantificación e intervalo de trabajo. Los métodos analíticos validados son exactos en términos de precisión y veracidad, son lineales y sensibles a los cambios en la concentración de la magnitud fisicoquímica que determina cada uno, además cumplen los requisitos de validación para analizar muestras de agua residual, cruda, potable y potable envasada.

El presente trabajo se realizó bajo un convenio de pasantía entre la Universidad de Nariño y la empresa Laboratorios del Valle, el cumplimiento de los objetivos planteados se refleja en los aportes científicos desde la Universidad hacia la empresa y experiencia personal y profesional desde la empresa hacia la Universidad.

PALABRAS CLAVE: Sistema de gestión, NTC–ISO/IEC 17025, validación de métodos, pH, turbidez, alcalinidad, DBO₅.

ABSTRACT

The Laboratory of Food, Water and Surfaces Quality Control (LBA) of the GRUPO DEL VALLE performs, among other activities, microbiological and physicochemical analysis of samples of treated, packaged, raw and residual water. It is required to carry out the accreditation process of the laboratory before the IDEAM. Documentation of a Quality Management System under the NTC-ISO / IEC 17025 and its implementation in analytical methods to determine pH, turbidity, alkalinity and biochemical oxygen demand (BOD₅) is performed. Validation of methods is presented as it follows: potentiometric SM 4500 H⁺-B for the determination of pH, nephelometric SM 2130-B for the determination of turbidity, volume SM 2320-B for determination of alkalinity and electrometric incubation method SM-5210-B - SM 4500 OG for BOD₅ determination, the following validation parameters were evaluated for: precision, accuracy, linear range, sensitivity, matrix effect, LOD, LOQ and working range. Validated analytical methods are accurate in terms of precision and accuracy; they are linear and sensitive to changes in the concentration of the physicochemical magnitude determining each one. Also meet validation requirements for analyzing wastewater samples, as well as raw, potable and drinking packaged water.

This work was conducted under an agreement between the Nariño University internship and LABORATORIOS DEL VALLE, the fulfillment of the objectives is reflected in the scientific contributions from the University to the company and personal experience that a Chemical Professional performs from the company to the University.

KEYWORDS: Management system, NTC-ISO/IEC 17025, method validation, pH, turbidity, alkalinity, BOD₅.

TABLA DE CONTENIDO

Pág

INTRODUCCIÓN	
1. OBJETIVOS	21
1.1 OBJETIVO GENERAL.....	21
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
2. MARCO TEÓRICO.....	22
2.1 SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD.....	22
2.2 NORMA TÉCNICA COLOMBIANA ISO/IEC 17025: REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE LOS LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN	23
2.3 MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA LA EVALUACIÓN DE LA CALIDAD DEL AGUA.....	25
2.3.1 Método potenciométrico SM 4500 H ⁺ -B para la determinación de pH	27
2.3.2 Método nefelométrico SM 2130-B para la determinación de turbidez.....	28
2.3.3 Método volumétrico SM 2320-B para la determinación de alcalinidad	29
2.3.4 Método de incubación/electrométrico SM 5210-B/SM 4500 O-G para la determinación de DBO ₅	30
2.4 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS	32
2.4.1 Parámetros de validación.....	33
2.4.1.1 Exactitud	33
2.4.1.2 Linealidad.....	34
3. METODOLOGÍA.....	38
3.1 DIAGNÓSTICO DEL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS, AGUAS Y SUPERFICIES (LBA) BASADO EN LOS REQUISITOS DE LA NTC–ISO/IEC 17025	38

3.2 DOCUMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BASADO EN LA NTC-ISO/IEC 17025	39
3.3 IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN BASADO EN LA NTC-ISO/IEC 17025	41
3.4 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS	41
3.4.1 <i>Validación del método potenciométrico SM 4500 H⁺-B para la determinación de pH</i> 42	
3.4.1.1 Alcance	42
3.4.1.2 Equipo	42
3.4.1.3 Reactivos y materiales de referencia	42
3.4.1.4 Procedimiento para la medición de pH.....	42
3.4.1.5 Procedimiento de validación	43
3.4.2 <i>Validación del método nefelométrico SM 2130-B para la determinación de turbidez</i>	44
3.4.2.1 Alcance	44
3.4.2.2 Equipo	44
3.4.2.3 Reactivos y materiales de referencia	44
3.4.2.4 Procedimiento para la medición de turbidez	44
3.4.2.5 Procedimiento de validación	45
3.4.3 <i>Validación del método volumétrico SM 2320-B para la determinación de alcalinidad</i>	46
3.4.3.1 Alcance	46
3.4.3.2 Equipos	46
3.4.3.3 Reactivos y materiales de referencia	46
3.4.3.4 Procedimiento para la medición de alcalinidad	47
3.4.3.5 Procedimiento de validación	47
3.4.4 <i>Validación del método de incubación/electrométrico SM 5210-B/SM 4500 O-G para la determinación de DBO₅</i>	48
3.4.4.1 Alcance	48
3.4.4.2 Equipos	48

3.4.4.3	Reactivos y materiales de referencia	48
3.4.4.4	Procedimiento para la medición de DBO_5	49
3.4.4.5	Procedimiento de validación	51
3.5	TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE DATOS	52
3.5.1	<i>Exactitud</i>	52
3.5.1.1	Precisión	52
3.5.1.2	Veracidad	55
3.5.2	<i>Linealidad</i>	56
3.5.2.1	Rango lineal	56
3.5.2.2	Sensibilidad	57
3.5.2.3	Efecto matriz	57
3.5.2.4	Límite de detección y límite de cuantificación	58
3.5.2.5	Intervalo de trabajo	58
4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	59
4.1	DIAGNÓSTICO DEL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS, AGUAS Y SUPERFICIES (LBA) BASADO EN LOS REQUISITOS DE LA NTC-ISO/IEC 17025	59
4.1.1	<i>Lista de verificación</i>	59
4.2	DOCUMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN BASADO EN LA NTC-ISO/IEC 17025	64
4.2.1	<i>Procedimientos</i>	64
4.2.2	<i>Instructivos</i>	65
4.2.3	<i>Formatos</i>	65
4.2.4	<i>Manuales</i>	66
4.2.5	<i>Documentos transversales</i>	66
4.2.6	<i>Estructura del Manual de Calidad</i>	67
4.3	IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN BASADO EN LA NTC-ISO/IEC 17025	71
4.4	VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS	76

4.4.1	<i>Validación del método potenciométrico SM 4500 H⁺-B para la determinación de pH 77</i>	
4.4.1.1	Exactitud	77
4.4.1.2	Intervalo de trabajo.....	85
4.4.2	<i>Validación del método nefelométrico SM 2130-B para la determinación de turbidez.....</i>	<i>85</i>
4.4.2.1	Exactitud	85
4.4.2.2	Intervalo de trabajo.....	93
4.4.3	<i>Validación del método volumétrico SM 2320-B para la determinación de alcalinidad.....</i>	<i>93</i>
4.4.3.1	Exactitud	93
4.4.3.2	Límite de detección y límite de cuantificación	102
4.4.4	<i>Validación del método de incubación/electrométrico SM 5210-B/SM 4500 O-G para la determinación de DBO₅.....</i>	<i>104</i>
4.4.4.1	Exactitud	104
4.4.4.2	Límite de detección y límite de cuantificación	114
5.	CONCLUSIONES.....	116
6.	RECOMENDACIONES	117
7.	BIBLIOGRAFÍA.....	118
8.	ANEXOS	122

ABREVIATURAS

LBA	Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies de Laboratorios del Valle
NTC	Norma Técnica Colombiana
ISO	International Organization for Standardization
IEC	International Electrotechnical Commission
IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales
ONAC	Organización Nacional de Acreditación
DBO	Demanda bioquímica de oxígeno
NTU	Unidades nefelométricas de turbidez
UpH	Unidades de pH
SM	Standard methods for the examination of water and wastewater

LISTA DE TABLAS

Pág

Tabla 1. Valores máximos permisibles de parámetros fisicoquímicos en agua	26
Tabla 2. Parámetros de validación.....	33
Tabla 3 Hipótesis y criterios de aceptación de las pruebas estadísticas.....	54
Tabla 4 Matriz del diagnóstico para los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025.....	60
Tabla 5 Matriz del diagnóstico para los requisitos técnicos de la NTC-ISO/IEC 17025.....	61
Tabla 6 Matriz de la evaluación final de los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025.....	73
Tabla 7 Matriz de la evaluación final para los requisitos técnicos de la NTC-ISO/IEC 17025.....	74
Tabla 8 Datos de repetitividad del pH-metro HANNA HI 2212.....	77
Tabla 9 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del pH-metro.....	78
Tabla 10 Datos de repetitividad del método potenciométrico	78
Tabla 11 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del método potenciométrico.....	79
Tabla 12 Datos de precisión intermedia del pH-metro HANNA HI 2212	80
Tabla 13 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia del pH-metro HANNA HI 2212.....	80
Tabla 14 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del pH-metro HANNA HI 2212.....	81
Tabla 15 Datos de precisión intermedia del método potenciométrico.....	82
Tabla 16 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia del método potenciométrico.....	82
Tabla 17 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del método potenciométrico.....	83
Tabla 18 Datos de pH de la solución buffer de 7,00	84
Tabla 19 Datos de repetitividad del turbidímetro HACH 2100	85
Tabla 20 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del turbidímetro HACH 2100.....	86
Tabla 21 Análisis de Horwitz para repetitividad de turbidímetro HACH 2100	86
Tabla 22 Datos de repetitividad del método nefelométrico	87
Tabla 23 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del método nefelométrico	88
Tabla 24 Datos de precisión intermedia del turbidímetro HACH 2100.....	88
Tabla 25 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia del turbidímetro HACH 2100.....	89

Tabla 26 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del turbidímetro HACH 2100.....	89
Tabla 27 Datos de precisión intermedia del método nefelométrico.....	90
Tabla 28 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia del método nefelométrico	91
Tabla 29 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del método nefelométrico	91
Tabla 30 Datos de turbidez de la solución patrón de formacina de 10 NTU	92
Tabla 31 Datos de repetitividad instrumental del método volumétrico	94
Tabla 32 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad instrumental del método volumétrico.....	94
Tabla 33 Análisis de Horwitz para repetitividad instrumental del método volumétrico.....	95
Tabla 34 Datos de repetitividad del método volumétrico	95
Tabla 35 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del método volumétrico.....	96
Tabla 36 Datos de precisión intermedia instrumental del método volumétrico	97
Tabla 37 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia instrumental del método volumétrico.....	97
Tabla 38 Pruebas estadísticas para precisión intermedia instrumental del método volumétrico.....	98
Tabla 39 Datos de precisión intermedia del método volumétrico.....	99
Tabla 40 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia del método volumétrico.....	99
Tabla 41 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del método volumétrico	100
Tabla 42 Adición estándar sobre la muestra de agua potable	101
Tabla 43 Adición estándar sobre la muestra de agua cruda.....	101
Tabla 44 Adición estándar sobre la muestra de agua residual	102
Tabla 45 Datos para la determinación de los límites de detección y cuantificación de alcalinidad.....	103
Tabla 46 Límites de detección y cuantificación del método volumétrico.....	103
Tabla 47 Datos para el análisis de repetitividad instrumental de DBO ₅ en las soluciones de 80 y 198 mgO ₂ /L	104
Tabla 48 Datos de repetitividad instrumental del método de incubación/electrométrico	105
Tabla 49 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad instrumental del método de incubación/electrométrico	105
Tabla 50 Análisis de Horwitz para repetitividad instrumental del método de incubación/electrométrico	106
Tabla 51 Datos para el análisis de repetitividad del método de incubación/electrométrico para agua residual doméstica	106
Tabla 52 Datos de repetitividad del método de incubación/electrométrico	107
Tabla 53 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del método de incubación/electrométrico	107

Tabla 54 Datos para el análisis de precisión intermedia instrumental de DBO ₅ obtenidos por el analista A.....	108
Tabla 55 Datos para el análisis de precisión intermedia instrumental de DBO ₅ obtenidos por el analista B.....	109
Tabla 56 Datos para el análisis de la precisión intermedia instrumental del método de incubación/electrométrico	109
Tabla 57 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia instrumental del método de incubación/electrométrico.....	110
Tabla 58 Pruebas estadísticas para precisión intermedia instrumental del método de incubación/electrométrico	110
Tabla 59 Datos para el análisis de precisión intermedia del método de incubación electrométrico en agua residual doméstica.....	111
Tabla 60 Datos para el análisis de precisión intermedia del método de incubación/electrométrico	111
Tabla 61 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del método de incubación/electrométrico	112
Tabla 62 Datos de DBO ₅ de la solución patrón de 198 mgO ₂ /L.....	113
Tabla 63 Pruebas estadísticas para veracidad de DBO ₅	113
Tabla 64 Datos para la determinación de los límites de detección y cuantificación del método de incubación/electrométrico.....	114
Tabla 65 Límites de detección y cuantificación del método de incubación/electrométrico	115

LISTA DE CUADROS

Pág

Cuadro 1 Concentración de analito expresado en potencia de 10	53
Cuadro 2 Tabulación de la lista de verificación.....	59

LISTA DE GRÁFICAS

Pág

Gráfica 1 Nivel de cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 por parte del LBA	62
Gráfica 2 Porcentaje de cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 por parte del LBA	63
Gráfica 3 Nivel de cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 por parte del LBA en la evaluación final.....	75

LISTA DE FIGURAS

Pág

Figura 1 Estructura documental del LBA	40
Figura 2 Diagrama de flujo del procedimiento para la determinación de pH.....	43
Figura 3 Diagrama de flujo del procedimiento de validación del método potenciométrico.....	43
Figura 4 Diagrama de flujo del proceso de determinación de turbidez	45
Figura 5 Diagrama de flujo para la validación del método nefelométrico	45
Figura 6 Diagrama de flujo del procedimiento para la determinación alcalinidad ..	47
Figura 7 Diagrama de flujo para la validación del método volumétrico	47
Figura 8 Diagrama de flujo para determinar DBO ₅ en agua cruda.....	50
Figura 9 Diagrama de flujo para determinar DBO ₅ en agua residual	51
Figura 10 Diagrama de flujo para la validación de DBO ₅	51

LISTA DE ANEXOS

	Pág
ANEXO A.....	122
ANEXO B.....	144
ANEXO C.....	149

INTRODUCCIÓN

EL GRUPO DEL VALLE es una organización compuesta por LABORATORIOS DEL VALLE y DISTRIBUIDORA DEL VALLE. Dentro de los LABORATORIOS DEL VALLE se encuentran: El Laboratorio Clínico de Alta Complejidad, el Laboratorio de Metrología y el Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies. Este último ofrece los servicios de análisis microbiológicos y fisicoquímicos a muestras de agua, principalmente dirigidos a: plantas de tratamiento de agua potable, tanques de almacenamiento, restaurantes, cultivos agrícolas, fuentes de abastecimiento de agua cruda, embalses, ríos, entre otros.

EL GRUPO DEL VALLE ha dispuesto diseñar, implementar y mantener un Sistema de Gestión de Calidad con el propósito de aumentar la satisfacción de sus clientes a través de la mejora continua de sus procesos. En el año 2006, la organización adoptó la norma ISO 9001:2000 obteniendo la certificación asignada por el ICONTEC. Dentro de la política de calidad de la empresa se encuentra la necesidad de implementar un Sistema de Gestión de Calidad bajo la NTC-ISO/IEC 17025 en el Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies (LBA) como requisito para su posterior acreditación ante el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales (IDEAM).

Con la presente práctica se pretende implementar el sistema de gestión de calidad bajo la NTC-ISO/IEC 17025 para los parámetros de pH, turbidez, alcalinidad y demanda bioquímica de oxígeno (DBO_5) en dicho laboratorio, para este fin, la empresa LABORATORIOS DEL VALLE celebró un acta de compromiso con la Universidad de Nariño en pro de apoyar el papel que puede desempeñar un Químico en este tipo de investigación aplicada.

El desarrollo de esta práctica comprende el diagnóstico, la documentación y la implementación de un Sistema de Gestión de Calidad, además de la validación de métodos analíticos para la determinación de pH, turbidez, alcalinidad y DBO_5 teniendo en cuenta los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 en el Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies de LABORATORIOS DEL VALLE.

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

Implementar un Sistema de Gestión de Calidad bajo la NTC–ISO/IEC 17025 en el Laboratorio del Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies del GRUPO DEL VALLE para los parámetros de pH, turbidez, alcalinidad y DBO₅.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Diseñar la metodología para implementar el sistema de gestión de calidad bajo la NTC-ISO/IEC 17025.
- Estructurar el documento del manual de calidad según el cual se realizarán todas las operaciones dentro del Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies.
- Diseñar los documentos de registro y de control según los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025.
- Validar los métodos potenciométrico, turbidimétrico, volumétrico e incubación/eletrométrico para la determinación de pH, turbidez, alcalinidad y DBO₅ respectivamente en el análisis de aguas potables, crudas y residuales

2. MARCO TEÓRICO

2.1 SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD

Durante más de dos décadas los términos "calidad" y "sistemas de gestión de calidad" se han incorporado en el vocabulario de las empresas en su búsqueda constante por satisfacer las necesidades de sus clientes y por garantizar la calidad en la prestación de sus servicios. El surgimiento de la competitividad global de las industrias, que contribuye al desarrollo social y económico de los países, ha incrementado la necesidad de trabajo dentro de un alto nivel de eficiencia.

La implementación de sistemas de gestión de calidad permite a las empresas del país mejorar de forma integral y significativa la optimización de los recursos invertidos en procesos debidamente controlados y bajo una dirección comprometida con la calidad; ya que al mantener documentados y organizados todos los procesos realizados por la empresa, ésta no desperdiciará tiempo o recursos en actividades inútiles.

La magnitud del concepto de "calidad" permite citar algunos autores que han dedicado parte de sus estudios a explicar este término: Según la norma técnica ISO 9000:2005¹, la calidad es el "Grado en el que un conjunto de características inherentes cumple con los requisitos". Para el autor David² Garvin calidad es "una actitud hacia hacerlo bien".

Por lo anterior, la adopción de un sistema de gestión de la calidad en una organización es una decisión estratégica que en términos generales, según José Antonio Gómez³, se define como el conjunto de la estructura, responsabilidades, actividades, recursos y procedimientos de la organización que se establecen para llevar a cabo la gestión de la calidad. En los laboratorios, existe mayor efecto, debido a que se busca garantizar la adopción de un sistema de gestión de la calidad en todos sus procesos organizativos, que permitan regular y controlar las actividades que contribuyen a la mejora continua.

¹ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Sistemas de Gestión de la Calidad. Fundamentos y Vocabulario. NTC-ISO 9000. Bogotá D.C.: El Instituto, 2005. 38 p.

² Garvin, David, and Artemis March. A Note on Quality: The Views of Deming, Juran, and Crosby. Boston. 1981. Harvard Business School Press, American Society for Quality. www.asq.org, Consultada Agosto 13, 2013

³ Gómez, Hernández J. A. *Gestión de Bibliotecas, Calidad y Evaluación*. Universidad de Murcia. 2002

De acuerdo con Felipe Fajardo y Paola Rincón⁴, la implementación de un sistema de gestión de calidad en los laboratorios presenta las siguientes ventajas:

- Mayor valor agregado en términos de confiabilidad de los certificados y/o informes emitidos
- Mayor garantía de que los productos son realizados por organismos idóneos y evaluados sistemáticamente por personal competente e independiente
- Alcance de nuevos mercados, posibilitando el aumento de exportaciones de productos, como consecuencia del reconocimiento establecido entre organismos de certificación o acreditación que aseguran la aceptación de los resultados, productos o servicios internacionalmente.

Los laboratorios de ensayo y/o calibración que desean implementar un sistema de gestión de calidad bajo la NTC-ISO/IEC 17025 para alcanzar la acreditación ante la entidad reguladora, deben basar el sistema de gestión en dos principios fundamentales: tener la competencia técnica, que manifiesta que todo el personal del laboratorio desarrolle y mantenga el sistema de calidad; y por otra parte, ser capaz de producir resultados confiables y certeros que satisfagan las necesidades de los clientes.

2.2 NORMA TÉCNICA COLOMBIANA ISO/IEC 17025: REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE LOS LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN

La ISO 9001⁵ es una norma general relativa a los fundamentos de la implementación de un sistema de gestión de la calidad, su objetivo es aplicar procedimientos de gestión de calidad por medio de la dirección, instrucciones de trabajo, documentación y mantenimiento de registros, sin embargo la ISO 9001 no determina la calidad de un producto o servicio. La acreditación de laboratorios requiere la evaluación de las competencias en términos de realización de pruebas y calibraciones específicas para todo tipo de laboratorios. La Organización Internacional de Estandarización (ISO) y la Comisión Electrónica Internacional (IEC) presentaron la norma ISO/IEC debido a la creciente importancia de la acreditación y el reconocimiento internacional. La evaluación de laboratorios de ensayo y calibración es crucial para controlar la exactitud de las mediciones⁶.

⁴ Rincón, Lina Paola., Fajardo, Felipe. *Cómo implementar un sistema de gestión práctico y eficaz en laboratorios de ensayo y calibración*. Bogotá. ICONTEC 2010. ISBN 958-9383-47-5.

⁵ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. , *Sistemas de Gestión de la Calidad. Requisitos. NTC-ISO 9001*. Bogotá D.C.: El Instituto, 2000. 38 p

⁶ Jason Beckett, Jill Slay. *Scientific underpinnings and background to standards and accreditation in digital forensics*. 2011. *Digital Investigation* 8(2): 114-121

La NTC-ISO/IEC 17025⁷ “fue publicada por primera vez en el año 1999 producto de la amplia experiencia adquirida en la implementación de la Guía ISO/IEC 25 y de la Norma EN 45001, a las que reemplazó. Contiene todos los requisitos que deben cumplir los laboratorios de ensayo y de calibración si desean demostrar que poseen un sistema de gestión, son técnicamente competentes y son capaces de generar resultados técnicamente validos”⁸.

Esta norma enfatiza en los elementos del sistema de calidad y en los temas de competencia técnica pertinentes a las operaciones de un laboratorio, divididos en requisitos de gestión y requisitos técnicos, así:

Requisitos de gestión:

- Organización
- Sistema de gestión
- Control de documentos
- Revisión de pedidos, ofertas y contratos
- Subcontratación de ensayos
- Compras de servicios y de suministros
- Servicio al cliente
- Quejas
- Control de trabajos no conformes
- Mejoras
- Acciones correctivas
- Acciones preventivas
- Control de los registros
- Auditorías internas
- Revisiones por la dirección

Requisitos técnicos:

- Generalidades
- Personal
- Instalación, condiciones ambientales
- Métodos de ensayo y Validación de métodos
- Equipos
- Trazabilidad de las mediciones
- Muestreo
- Manipulación de los ítems de ensayo
- Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo
- Informes de resultados

⁷INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. NTC-ISO/IEC 17025. Bogotá D.C.: El Instituto, 2005. 49 p.

⁸ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Op. Cit. p. 13.

Según el decreto 1595 de 2015⁹ el Organismo Nacional de Acreditación (ONAC) es la entidad encargada de acreditar la competencia de los organismos de evaluación de la conformidad. El Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales (IDEAM) es el ente encargado de controlar los resultados que emitan los laboratorios en cuanto a los análisis realizados para el control de la calidad del agua bajo los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025.

El LBA debe cumplir con el proceso de acreditación precisado por el IDEAM, conforme al Decreto 1600 de 1994, Artículo 5º y párrafos¹⁰, así como con los lineamientos referentes a los requisitos y el procedimiento de acreditación de organismos de evaluación de la conformidad en matrices ambientales, bajo la NTC-ISO/IEC 17025 en Colombia, establecidos en la resolución 0268 de 2015¹¹.

Se entiende por acreditación, las etapas sistemáticas y sucesivas que deben cumplir los laboratorios con el objetivo de confirmar el funcionamiento de su Sistema de Gestión de Calidad.

Para cumplir los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 en el LBA se debe diagnosticar, planificar, documentar y validar los procedimientos relacionados con la determinación de pH, turbidez, alcalinidad; en muestras de agua residual, cruda, tratada y tratada envasada; y de DBO₅ en muestras de agua residual y cruda.

2.3 MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA LA EVALUACIÓN DE LA CALIDAD DEL AGUA

La calidad del agua está relacionada con la composición física, química y biológica que presenta determinada muestra de este líquido y que la caracteriza dentro de alguno de los siguientes tipos: agua residual, cruda, potable, entre otros. El conocimiento de estos parámetros y de sus efectos es importante ya que, dependiendo del uso previsto que se le dé al agua, se toman las medidas necesarias para el tipo y grado de tratamiento requerido.

También se deben considerar los valores máximos permisibles establecidos en la reglamentación nacional vigente para cada uno de los factores físicos, químicos y

⁹ COLOMBIA. MINISTERIO DE COMERCIO, INDUSTRIA Y TURISMO. Decreto 1595 (5, agosto, 2015). Por el cual se dictan normas relativas al subsistema Nacional de la Calidad y se modifica el capítulo 7 y la sección 1 del capítulo 8 del título 1 de la parte 2 del libro 2 del Decreto Único Reglamentario del Sector Comercio, Industria y Turismo, Decreto 1074 de 2015, y se dictan otras disposiciones. Bogotá D.C. El Ministerio, 2015. 49 p.

¹⁰ COLOMBIA. MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE. Decreto 1600. (27, julio, 1994). Por el cual se reglamenta parcialmente el Sistema Nacional Ambiental (SINA) en relación con los Sistemas Nacionales de Investigación Ambiental y de Información Ambiental. Bogotá D.C.: El Ministerio, 1994. 8 p.

¹¹ COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE. Resolución 0268. (6, marzo, 2015). Por la cual se modifica la resolución 0176 de 2003 y 1754 de 2008, y se establecen los requisitos y el procedimiento de acreditación de organismos de evaluación de la conformidad de matrices ambientales, bajo la norma NTC-ISO/IEC 17025 en Colombia. Bogotá D.C. El Ministerio 2015. 14 p.

biológicos según el tipo de agua. En el desarrollo de esta práctica, estos valores se toman como referencia para incluirlos en el rango de validación. Así pues, se tienen en cuenta la resolución 12186/1991¹² para agua potable envasada; la resolución 2115/2007¹³ para agua potable y el decreto 1594/1984¹⁴ para agua residual.

Tabla 1. Valores máximos permisibles de parámetros fisicoquímicos en agua

Tipo de agua	Normatividad vigente	pH (UpH)	Turbidez (NTU)	Alcalinidad (mgCaCO ₃ /L)	DBO ₅ (mgO ₂ /L)
Potable	Resolución 2115/07	6,5-9,0	2	200	0
Potable envasada	Resolución 12186/91	6,5-9,0	2	200	0
Residual	Decreto 1594/84	5,0-9,0	190	---	200

La Asociación Americana de Salud Pública (APHA), la Asociación Americana de Abastecimiento de Agua (AWWA) y la Federación para el Control de la Polución de las Aguas (WPCF) han establecido normas internacionales para la caracterización de la calidad del agua reunidas en el libro “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater”¹⁵. Estas normas internacionales incluyen diversos criterios, métodos y técnicas de análisis que permiten el estudio adecuado de los distintos parámetros del agua, desde el muestreo hasta la interpretación correcta de los resultados obtenidos.

Los métodos de análisis objeto de validación en esta práctica son: el método potenciométrico para determinación de pH, nefelométrico para turbidez, volumétrico para alcalinidad e incubación-electrométrico para DBO₅, descritos en la edición 22 del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (SM).

¹² COLOMBIA. MINISTERIO DE SALUD. Resolución 12186. (20, septiembre, 1991). Por la cual se fijan las condiciones para los procesos de obtención, envasado y comercialización de agua potable tratada con destino al consumo humano. Bogotá D.C.: El Ministerio, 1991. 8 p.

¹³ COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL. Resolución 2115. (22, junio, 2007). Por la cual se señalan características, instrumentos básicos y frecuencias del sistema de control y vigilancia para la calidad del agua para consumo humano. Bogotá D.C.: El Ministerio, 2007. 23 p.

¹⁴ COLOMBIA. MINISTERIO DE AGRICULTURA. Decreto 1594. (26, junio, 1984). Por el cual se reglamenta parcialmente el Título I de la Ley 9 de 1979, así como el Capítulo II del Título VI -Parte III- Libro II y el Título III de la Parte III -Libro I- del Decreto - Ley 2811 de 1974 en cuanto a usos del agua y residuos líquidos. Bogotá D.C.: El Ministerio, 1984. 55 p.

¹⁵ E. W. Rice, R.B. Baird, A.D. Eaton, L.S. Clesceri. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Washington D.C.: APHA, AWWA, WEF 22^o Edition, 2012. 1496 p.

2.3.1 Método potenciométrico SM 4500 H⁺-B para la determinación de pH

El pH es un parámetro que mide la concentración de iones hidronio presentes en el agua. La determinación potenciométrica se realiza con un pH-metro que consta de un electrodo de vidrio que genera una corriente eléctrica proporcional a la concentración de iones hidronio de la solución y que se mide en un galvanómetro. La corriente se representa en unidades de pH (UpH). El valor del pH depende de la temperatura¹⁶.

La expresión matemática del pH es:

$$pH = -\log_{10}[H^+] \quad \text{Ecuación 1}$$

Al ser una escala logarítmica, un cambio de una unidad de pH corresponde a un cambio de 10 veces en la concentración de iones hidronio, este ion interviene en las reacciones químicas que ocurren en el agua, por ejemplo, para el agua destinada al riego de cultivos, un pH cercano a 7,0, es decir, una concentración de hidronios moderada influye positivamente en la solubilidad de los iones que se usan como nutrientes en el suelo aumentando la disponibilidad de estos para ser absorbidos por las plantas; sin embargo, a pH bajo los nutrientes se disuelven fácilmente aumentando su concentración y dando lugar a un agua tóxica para las plantas. A pH alto, disminuye la solubilidad de los nutrientes causando deficiencia de estos y afectando el desarrollo de los cultivos. Por lo tanto el agua de riego debe encontrarse en un rango de pH de 5,5 a 6,5 en el cual se tiene una concentración adecuada de nutrientes.

Para el agua potable y el agua potable envasada, la rama ejecutiva de este país ha establecido un rango de 6,5 a 9,0 UpH para que el agua pueda ser consumida sin restricción ya que a este rango el agua no representa riesgo para la salud al favorecer el equilibrio ácido-base en la sangre. El agua con un pH < 6,5 contiene mayor concentración de iones metálicos disueltos, como el manganeso y el hierro, que llegan a ser tóxicos y no aptos para el consumo. Ingerir agua con un valor de pH > 9,0 puede neutralizar los ácidos en el estómago disminuyendo la capacidad de digerir los alimentos y por ende la asimilación de nutrientes.

La falta de calibración del equipo, inadecuado ajuste o patrones de referencia contaminados puede causar errores sistemáticos en la determinación de pH en el laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies de Laboratorios del Valle.

¹⁶ *Ibíd.*, p. 4-91

2.3.2 Método nefelométrico SM 2130-B para la determinación de turbidez

La turbidez es una expresión de la propiedad óptica que hace que los rayos luminosos se dispersen y se absorban, en lugar de que se transmitan sin alteración a través de una muestra de agua¹⁷.

El método nefelométrico está basado en una comparación de la intensidad de la luz desviada por la muestra bajo condiciones definidas, con la intensidad de la luz desviada por una suspensión estándar de referencia, bajo las mismas condiciones. A mayor intensidad de luz desviada mayor será la turbidez. La turbidez se mide en Unidades Nefelométricas de Turbidez (NTU) utilizando un nefelómetro o turbidímetro que mide la intensidad de la luz dispersada a 90° cuando un rayo de luz pasa a través de una muestra de agua¹⁸. Como patrón de referencia se utiliza una solución patrón de polímero de formacina, por ser estable, reutilizable, de larga duración y presentar propiedades para desviar la luz.

La turbidez es una medida de la calidad del agua, entre menos turbia mayor calidad, por ejemplo, el agua potable debe tener un valor de turbidez < 2 NTU para ser considerada apta para el consumo humano ya que este valor indica la ausencia de sólidos suspendidos, materia orgánica o inorgánica que pueden actuar como portadores de parásitos, bacterias y virus; mientras que para el agua residual la turbidez es mayor por la cantidad de materiales en suspensión que puede contener, como son: arcillas, lodos, partículas de materia orgánica o inorgánica fragmentadas finamente, coloides, compuestos orgánicos coloreados y otros microorganismos¹⁹.

El tratamiento del agua para su potabilización se ve afectado por la turbidez ya que las partículas en suspensión adhieren los metales pesados o compuestos orgánicos tóxicos que forman una especie de escudo protector contra los agentes desinfectantes como el cloro, por lo que se requiere mayor concentración de este, es decir, mayores costos en el tratamiento para lograr la potabilización del agua. Por lo tanto, la turbidez debe ser baja para que la desinfección sea eficaz²⁰.

Además, la turbidez puede afectar a los ecosistemas acuáticos al limitar el paso de la luz solar por ende la fotosíntesis, reduciendo la concentración de oxígeno y la reproducción de la vida acuática.

¹⁷ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Calidad del agua. Determinación de la turbiedad. Método nefelométrico. NTC 4707. Bogotá D.C.: El Instituto, 1999. 7 p.

¹⁸ LONDOÑO C. Adela, GIRALDO G. Gloria, GUTIERRES G. Ádamo. Métodos analíticos para la evaluación de la calidad fisicoquímica del agua. Manizales: Blanecolor Ltda., 2010. 154 p.

¹⁹ E. W. Rice, R.B. Baird, A.D. Eaton, L.S. Clesceri. Op.Cit. p. 2-12

²⁰ ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD. Guías para la calidad del agua potable. Ginebra, 2004. 101 p.

Los errores sistemáticos en el análisis de la turbidez son causados por un equipo sin calibrar o por el uso de celdas de vidrio sucias o rayadas; en la metodología se describe el procedimiento para minimizar este tipo de errores.

2.3.3 Método volumétrico SM 2320-B para la determinación de alcalinidad

La alcalinidad del agua es su capacidad para neutralizar ácidos y es la suma de todas las bases que pueden ser tituladas. Por lo general, se debe fundamentalmente a su contenido de carbonatos, carbonatos ácidos e hidróxidos aunque otras sales o bases también contribuyen a la alcalinidad. La construcción de una curva de titulación permite la identificación de puntos de inflexión y capacidad tampón, si existe, y permite determinar la alcalinidad con respecto a cualquier pH de interés. Debido a que la identificación exacta de puntos de inflexión puede ser difícil o imposible en mezclas tamponadas o complejas, la titulación en tales casos se lleva a cabo hasta un punto final de pH arbitrario basado en consideraciones prácticas. Para titulaciones de control rutinarias o estimaciones preliminares rápidas de la alcalinidad, se puede usar el cambio de color de un indicador como punto final²¹. La alcalinidad debida a los carbonatos e hidróxidos se obtiene al titular una muestra de agua con un ácido fuerte hasta un valor de $\text{pH} \geq 8$, la titulación hasta $\text{pH} 4,5$ indica la alcalinidad debida a los carbonatos ácidos y es considerada la alcalinidad total

El método volumétrico para determinar la alcalinidad en una muestra de agua consiste en la titulación de la muestra con una solución de ácido mineral fuerte hasta $\text{pH} 8,3$ y $4-5$. Estos puntos finales determinados visualmente mediante indicadores adecuados, son los puntos de equivalencia seleccionados para la determinación de los tres componentes fundamentales. Con el indicador de fenolftaleína, el $\text{pH} 8.3$ está próximo al punto de equivalencia para las concentraciones de carbonato y dióxido de carbono y representa la valoración de todo el hidróxido y la mitad del carbonato, mientras que el pH inferior ($4-5$) está próximo al punto de equivalencia para el ión hidrógeno y el bicarbonato y permite determinar la alcalinidad total²². El valor de alcalinidad se reporta en $\text{mg CaCO}_3/\text{L}$.

Un valor de alcalinidad mínima de $20 \text{ mg CaCO}_3/\text{L}$ es adecuado para mantener la vida acuática, a menores valores de alcalinidad el agua se vuelve muy sensible a la contaminación, ya que no posee la capacidad de oponerse a las modificaciones que generan disminuciones de pH , es decir, pierde su capacidad de ejercer el efecto tampón.

La determinación de la alcalinidad es importante en los procesos de potabilización del agua ya que permite determinar las cantidades necesarias de óxidos de calcio,

²¹ TP0211 Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales IDEAM. Alcalinidad potenciometría. 2005. p. 8

²² SEVERICHE Carlos Alberto, et al. Manual de métodos analíticos para la determinación de parámetros fisicoquímicos básicos en aguas. Cartagena, 2013. 101 p.

de magnesio y carbonato de sodio para lograr la precipitación de las sales de calcio y magnesio.

Para el agua potable, un valor de alcalinidad mayor a 200 mg CaCO₃/L puede ser perjudicial al tornarse turbia por tener demasiados minerales suspendidos en ella. Además, puede facilitar la transferencia de plomo de las tuberías al suministro, poniendo en riesgo la salud de las personas que la ingieran.

Los errores sistemáticos en el análisis de la alcalinidad pueden ser causados por utilizar material volumétrico sin calibrar, la presencia de jabones, materia oleosa, sólidos suspendidos o precipitados pueden enmascarar o dificultar la observación del viraje de color del indicador; en la metodología se describe el procedimiento para minimizar este tipo de errores.

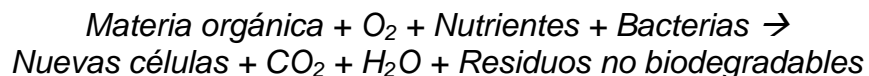
2.3.4 Método de incubación/electrométrico SM 5210-B/SM 4500 O-G para la determinación de DBO₅

La demanda bioquímica de oxígeno se usa como medida del contenido de la materia orgánica biodegradable y se mide por la cantidad de oxígeno requerida para su oxidación en la muestra de agua y como resultado de la acción de oxidación bioquímica aerobia. La demanda de oxígeno de las aguas residuales es resultado de tres tipos de materiales:

1. Materiales orgánicos carbónicos, utilizables como fuente de alimentación por organismos aeróbicos.
2. Nitrógeno oxidable, derivado de la presencia de nitritos, amoníaco, y en general compuestos orgánicos nitrogenados que sirven como alimentación para bacterias específicas.
3. Compuestos químicos reductores, como iones ferrosos, sulfitos, sulfuros, que se oxidan por oxígeno disuelto.

Para la determinación de la demanda bioquímica de oxígeno se utiliza el procedimiento de bioensayos que consiste en medir el oxígeno consumido por los organismos vivos (principalmente bacterias), al utilizar como alimento la materia orgánica presente en el desecho, bajo condiciones aerobias y favorables en cuanto a nutrientes.

La reacción bioquímica:



Es una representación general de todas las complejas reacciones bioquímicas que suceden en una muestra de agua²³.

Estequiométricamente, se requiere que la cantidad de oxígeno utilizado en cualquier punto del proceso sea proporcional a la cantidad total de materia orgánica que ha sufrido transformación, o igualmente proporcional al grado de desarrollo al que ha llegado la reacción en ese punto del proceso. La DBO es entonces una función directa del tiempo.

La transformación biológica de la materia orgánica se realiza en dos etapas. En la primera se oxidan principalmente los compuestos carbonados y en la segunda los nitrogenados. La primera empieza inmediatamente y termina aproximadamente a los 20 días a 20°C. La segunda comienza antes de los 10 días a 20°C y se prolonga por un período más largo. Por lo tanto, si no se utiliza un inhibidor de nitrificación para prevenir la segunda oxidación, la demanda de oxígeno medida es la suma de las demandas de carbono y nitrógeno.

Teóricamente se requiere de un tiempo indefinido para una oxidación biológica completa de la materia orgánica, inicialmente los microorganismos sembrados utilizan la materia para obtener energía y para su crecimiento. El resultado es la utilización de oxígeno y el crecimiento de nuevos microorganismos. Cuando se ha removido la materia orgánica inicialmente presente en las aguas residuales, los organismos (bacterias) continúan utilizando oxígeno para la auto-oxidación de su masa celular (respiración endógena). Al completarse la oxidación de la masa celular, solo queda un residuo celular no biodegradable, liberándose cal, agua y amoníaco, y la reacción es completa. Esto se define como la Demanda Bioquímica de Oxígeno Última (DBOu).

Se ha encontrado, por experiencia, que un porcentaje razonablemente grande de la DBOu se logra en un tiempo de 5 días, aproximadamente el 70-80% en aguas residuales domésticas e industriales, por consiguiente el período de 5 días de incubación se ha aceptado como patrón²⁴.

El método se basa en la incubación de las muestras en botellas Winkler herméticamente cerradas para evitar la entrada de aire, se mide la cantidad de oxígeno inicial y la cantidad de oxígeno que requieren los microorganismos para efectuar la oxidación de la materia orgánica presente en aguas naturales y residuales. La DBO se determina por la diferencia entre el oxígeno disuelto inicial y el oxígeno disuelto al cabo de 5 días de incubación a 20°C. Esto se define como la Demanda Bioquímica de Oxígeno a los 5 días (DBO₅).

²³ LONDOÑO C. Adela, GIRALDO G. Gloria, GUTIERRES G. Ádamo. Op. Cit. p. 113.

²⁴ *Ibíd.*, p. 114.

La determinación de la DBO₅, como todo ensayo biológico, requiere cuidado especial en su realización con el fin de obtener valores representativos confiables. El ensayo supone la medida de la cantidad de oxígeno consumido por organismos vivos en la utilización de la materia orgánica presente en un residuo; por lo tanto, es necesario garantizar que durante todo el periodo de ensayo exista suficiente oxígeno disuelto para ser utilizado por los organismos. Además, debe garantizarse que se suministran las condiciones ambientales adecuadas para el desarrollo y trabajo de los microorganismos, así que hay que proporcionar los nutrientes necesarios para el desarrollo de las bacterias. Es también necesario que exista una población de organismos en forma de inóculo durante la realización del ensayo, para la degradación de la materia orgánica²⁵.

Existen numerosos factores que afectan la prueba de la DBO₅, entre ellos la relación de la materia orgánica soluble a la materia orgánica suspendida, los sólidos sedimentables, los flotantes, la presencia de hierro en su forma oxidada o reducida, la presencia de compuestos azufrados y la falta de mezcla. Hasta el momento no existe una forma de corregir o ajustar los efectos de estos factores²⁶.

2.4 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS

Según la norma ISO 9000, validación es la confirmación mediante la aportación de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista²⁷.

La validación de un método analítico se realiza en un laboratorio con el fin de poner en marcha dicho método con la seguridad de que, en adelante, se producirán resultados que cumplen los parámetros de desempeño preestablecidos en el proceso de validación. La validación de un método analítico permite la determinación de las fuentes de variabilidad, de errores sistemáticos y errores aleatorios que se presentan tanto en la calibración de los equipos como en el análisis de las muestras.

Según la NTC-ISO/IEC 17025 los laboratorios deben validar todos los métodos, incluyendo los métodos normalizados presentados en documentos como el manual de métodos estandarizados para análisis de aguas (SM) que están sometidos a ampliaciones y modificaciones, para confirmar que son aptos para el fin previsto.

²⁵TP0087 Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales IDEAM. Demanda bioquímica de oxígeno – 5 días, incubación y electrometría. 2007. p. 13

²⁶ *Ibíd.*, p. 3.

²⁷ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN, Op. Cit. p. 30.

2.4.1 Parámetros de validación

Para cada parámetro fisicoquímico de análisis se aplican los correspondientes criterios de desempeño según el grado de validación requerido en cada caso, la naturaleza del método y la disposición de reactivos en el laboratorio, así:

Tabla 2. Parámetros de validación

Criterio de desempeño	Parámetro fisicoquímico de análisis			
	pH	Turbidez	Alcalinidad	DBO ₅
Exactitud	✓	✓	✓	✓
Sensibilidad	✓	✓	✓	✓
Efecto matriz			✓	✓
Límite de detección		✓	✓	✓
Límite de cuantificación		✓	✓	✓
Intervalo de trabajo	✓	✓	✓	✓

Estos parámetros de validación generalmente sirven para caracterizar un método analítico y determinar la calidad de los resultados que este genera²⁸.

2.4.1.1 Exactitud

La exactitud es una cualidad que se compone de dos datos cuantitativos: veracidad referida como sesgo y precisión en términos de coeficiente de variación; el término exactitud se aplica a un conjunto de resultados de un ensayo y supone una combinación de componentes aleatorios y un componente común de error sistemático o sesgo. Para su determinación se estudian sus dos componentes: la “veracidad” y la “precisión”. Un método se considera exacto si es verás y preciso²⁹.

- Precisión

La precisión es la proximidad de concordancia entre los resultados de pruebas independientes obtenidos bajo condiciones estipuladas³⁰. Usualmente se expresa en términos de la desviación estándar (s) o del coeficiente de variación (Cv). Las medidas de precisión se evalúan en tres condiciones: repetitividad, precisión intermedia y reproducibilidad.

²⁸ ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE FARMACÉUTICOS DE LA INDUSTRIA. Validación de métodos analíticos. Madrid. 2001. 331 p.

²⁹ CITAC/EURACHEM. Guide to Quality in Analytical Chemistry – An Aid to Accreditation. CITAC/EURACHEM. Prague 2003.

³⁰ INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Statistics, Vocabulary and symbols. ISO 3534-1. Geneva, 1993.

La repetitividad: es el grado de variabilidad cuando un método se ejecuta por un solo analista, en el mismo laboratorio, por el mismo operador, usando el mismo equipo en un período corto de tiempo.

La precisión intermedia: expresa la variación para un análisis realizado a una misma muestra dentro de un laboratorio pero en diferentes días, diferentes analistas, diferente equipo, etc.

La reproducibilidad: es la medida de la precisión de los datos obtenidos entre dos o más analistas y/o laboratorios que utilizan el mismo método y similares condiciones.

En esta práctica se evalúan la repetitividad y la precisión intermedia para el análisis de pH, turbidez, alcalinidad tanto en soluciones patrón como en matrices reales de agua residual, cruda, potable y potable envasada y DBO₅ en soluciones patrón y en muestras de agua cruda y residual. La reproducibilidad se evalúa con el programa del PICCAP del Instituto Nacional de Salud para pH, turbidez y alcalinidad en agua potable

Dentro del proceso de validación es importante conocer la variabilidad del método cuando se realiza el análisis repetidas veces bajo las mismas condiciones y cuando se varía, por ejemplo, el analista o el laboratorio.

- Veracidad

La “veracidad” de un método de medición es de interés cuando es posible concebir un valor verdadero para la propiedad que se mide. La veracidad del método de medición se puede investigar a partir de la comparación del valor de referencia aceptado con el nivel de los resultados dados por el método de medición. La veracidad se suele expresar en términos cuantitativos como “sesgo”; cuanto menor es el sesgo, mayor es la veracidad³¹.

2.4.1.2 Linealidad

La linealidad define la habilidad del método para obtener resultados proporcionales al valor del mensurando dentro de un determinado intervalo. La determinación de la linealidad involucra una representación gráfica y una comprobación estadística mediante la determinación de la ecuación de la recta, el coeficiente de correlación (r) y de determinación (r^2), análisis de varianza (ANOVA) y gráfica de residuales.

³¹ INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA DE CHILE. Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: Aspectos generales sobre la validación de métodos. Santiago, 2010. 67 p.

- **Sensibilidad**

La sensibilidad es el cambio en la respuesta del instrumento que corresponde a un cambio en la concentración del analito. La sensibilidad de un método analítico está dada por la pendiente de la curva de calibración del intervalo de trabajo y cuanto mayor es esta, mayor es la sensibilidad del método³².

- **Efecto matriz**

El efecto matriz en Química Analítica se define, de acuerdo con la IUPAC³³, como el efecto de todos los componentes de la muestra distintos al analito en la medida de una cantidad (de analito). A la hora de aplicar un método analítico, el efecto matriz se traduce en una diferencia de sensibilidad del mismo cuando se prepara un calibrado en un disolvente frente a uno preparado en el mismo entorno de la muestra. Por lo tanto, la diferencia entre las pendientes de calibrado en un disolvente determinado (calibrado externo) y en la matriz de la muestra (mediante el método de adición estándar), indica la presencia de efecto matriz. Cabe destacar que el efecto matriz es un efecto indeterminado de las especies que rodean a la muestra que afectan a la sensibilidad, cuando el efecto de una especie es determinado (y aditivo) se habla de interferencia.

En esta práctica se analiza la presencia del efecto matriz en la validación de los métodos: volumétrico y de incubación/electrométrico. Para ello, se compara la recta de calibración obtenida con un disolvente determinado (agua desionizada tipo II y agua de dilución) y la recta de calibración obtenida con el método de adición estándar utilizando cada uno de los cuatro tipos de matrices reales que se analizan en Laboratorios del Valle (agua residual, agua cruda, agua potable envasada y agua potable). Las soluciones patrón se preparan teniendo en cuenta los resultados de la linealidad para cada método, de manera que las concentraciones se encuentren dentro del intervalo lineal. Se obtienen las ecuaciones de ambas rectas de calibrado y se comparan las pendientes de las mismas. Si existe efecto matriz, habrá una diferencia significativa entre las pendientes, lo que implica trabajar con adición patrón para el análisis de las muestras dentro del laboratorio.

- **Límite de detección**

La ISO define el límite de detección como el “valor mínimo detectable de la variable de estado definida” el cual en química se traduce como la “concentración neta mínima detectable”³⁴. Para la AOAC el límite de detección es “el menor

³² CITAC/EURACHEM. Op. Cit. p. 28.

³³ IUPAC, 1989, 61, 1657 (Nomenclature for automated and mechanised analysis (Recommendations 1989)) p. 1660

³⁴ CITAC/EURACHEM. Op. Cit. p.17.

contenido que puede medirse con una certeza estadística razonable”³⁵. Para la IUPAC el límite de detección se expresa como la concentración c_L , o la cantidad q_L , que se deriva de la medida más pequeña x_L , que puede detectarse con certeza razonable por un procedimiento analítico dado. El valor de x_L es dado por la ecuación:

$$x_L = x_{bl} + ks_{bl} \quad \text{Ecuación 2}$$

Donde x_{bl} es la media de las mediciones del blanco, s_{bl} la desviación estándar de las mediciones del blanco y k es un factor numérico elegido de acuerdo al nivel de confianza deseado³⁶. La IUPAC ha sugerido que el criterio para el valor de la constante k sea 3³⁷.

La Guía Eurachem³⁸ indica que normalmente, para propósitos de validación es suficiente proporcionar un indicativo del nivel al cual la detección resulta problemática. Para este propósito la aproximación “ $x_{bl} + 3s_{bl}$ ” usualmente será suficiente. En esta práctica, la determinación del límite de detección se realiza midiendo el parámetro fisicoquímico de interés en muestras blanco durante diez días, realizando tres mediciones por día, distribuidas en mañana, medio día y tarde, se calculan la media y la desviación estándar de estas mediciones y se determina el límite de detección con la ecuación:

$$LD = x_{bl} + 3s_{bl} \quad \text{Ecuación 3}$$

Este concepto es aplicable a la determinación del límite de detección de los métodos: turbidimétrico, volumétrico e incubación/electrométrico, ya que el laboratorio cuenta con las muestras blanco libres del analito en cuestión como son: agua libre de turbidez, agua desionizada tipo II y agua de dilución, respectivamente.

- **Límite de cuantificación**

Para la IUPAC el límite de cuantificación es una característica de desempeño que marca la habilidad de un proceso de medición química para cuantificar adecuadamente un analito. Está dado por la expresión:

$$LC = x_{bl} + ks_{bl} \quad \text{Ecuación 4}$$

³⁵ Analytical Methods Committee, “Recommendations for the Definition, Estimation and Use of the Detection Limit”, The Analyst, 1987, 112, 199-204.

³⁶ IUPAC. Nomenclature in evaluation of analytical methods, including detection and quantification capabilities (Recommendations 1995). Pure & appl. Chem., 1995, 67, 1699 - 1723.

³⁷ Suárez, R. et al. (2009). Validación de un método analítico para la determinación de magne-sio eritrocitario. Avances en Química, 4(2), 53-62.

³⁸ CITAC/EURACHEM. Op. Cit. p. 18.

Donde x_{bl} es la media de las mediciones del blanco, s_{bl} la desviación estándar de las mediciones del blanco y k es el multiplicador cuyo recíproco es igual al coeficiente de variación C_v seleccionado y cuantificado. El valor por omisión de k propuesto por la IUPAC es de 10^{39} .

En el proceso de validación es importante conocer cuál es el límite inferior del analito o de la propiedad que puede ser detectado con certeza por el método, especialmente en el análisis de muestras de agua potable y potable envasada que presentan valores pequeños de turbidez y alcalinidad.

- **Intervalo de trabajo**

A partir de los resultados de la validación de los métodos analíticos cuantitativos se hace necesario determinar el intervalo de valores del mensurando, sobre los cuales el método puede aplicarse con precisión y veracidad. En el extremo inferior del intervalo, los factores limitantes son los valores del límite de detección y/o cuantificación. El intervalo de trabajo incluye los valores establecidos en la normatividad nacional vigente. Se tiene en cuenta, también, que estos valores se encuentran dentro del rango de respuesta de los equipos utilizados en el proceso de validación. El intervalo de trabajo entonces comprende los valores más bajos del mensurando que se pueden encontrar en las muestras de agua potable y potable envasada así como los valores más altos que se pueden presentar en las muestras de agua cruda y residual. Para el caso puntual del método potenciométrico, los extremos inferior y superior del intervalo de trabajo están dados por los valores de pH de las soluciones buffer utilizadas en la validación.

³⁹ IUPAC. Op. Cit. p. 1715.

3. METODOLOGÍA

Para el desarrollo de esta práctica se propuso una metodología dividida en cuatro etapas:

1. Evaluación de las condiciones iniciales del sistema de gestión de calidad del Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies en cuanto al cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025;
2. Diseño de la documentación necesaria teniendo en cuenta los resultados de la evaluación inicial;
3. Implementación del sistema de gestión basado en los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025;
4. Validación de los métodos analíticos para los parámetros de pH, turbidez, alcalinidad y DBO₅; aplicando como parámetros de validación: la exactitud, los límites de detección y de cuantificación.

3.1 DIAGNÓSTICO DEL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS, AGUAS Y SUPERFICIES (LBA) BASADO EN LOS REQUISITOS DE LA NTC-ISO/IEC 17025

El análisis de la situación inicial del LBA constituye el punto de partida para establecer la metodología de la implementación del Sistema de Gestión de Calidad basado en los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025.

Para comenzar ésta evaluación se realizó un estudio comparativo de los procedimientos realizados en el LBA de la empresa Laboratorios del Valle con una lista de verificación⁴⁰ (ver ANEXO A) basada en la NTC- ISO/IEC 17025, con el propósito de facilitar la obtención de información del grado de cumplimiento de los requisitos establecidos en la NTC- ISO/IEC 17025.

Las respuestas obtenidas con la aplicación de la lista de verificación se dieron según la siguiente descripción:

- **SI**: Cumplimiento del requisito
- **NO**: Ausencia del requisito

⁴⁰ BALSECA, Marcela. Estudio del Sistema de Calidad de los Laboratorios de ensayo de la empresa procesadora de alimentos Marcseal S.A. basado en la norma ISO/IEC 17025. Quito. Universidad Tecnológica Equinoccial. 2007. 287 p.

- **DI:** Sistemática **D**efinida documentalmente e **I**mplementada eficazmente.
- **DNI:** Sistemática **D**efinida documentalmente pero **N**o **I**mplementada eficazmente.
- **NDA:** Sistemática **N**o **D**efinida documentalmente pero existen **A**ctuaciones que pretenden resolver la cuestión.
- **NDNA:** **N**o se ha **D**efinido sistemática alguna **N**i se realizan **A**ctuaciones relativas a la cuestión.
- **NA:** **N**o es de **A**plicación en el laboratorio.

A cada una de las posibles respuestas se le asignó la siguiente puntuación:

- **SI** → 5 puntos
- **NO** → 0 puntos
- **DI** → 5 puntos
- **DNI** → 3 puntos
- **NDA** → 1,5 puntos
- **NDNA** → 0 puntos
- **NA** → ---

Siendo 5 el valor máximo posible a obtener por cada pregunta de la lista de verificación y 254 el total de preguntas, la máxima puntuación posible es de 1270 puntos, tomada como resultado de todas las condiciones favorables y viables de aplicación en el LBA.

3.2 DOCUMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BASADO EN LA NTC-ISO/IEC 17025

Con base en los resultados del diagnóstico se creó un procedimiento llamado “P-LBA Plan de acción para la implementación de un Sistema de Gestión de Calidad basado en los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025” (Ver ANEXO B), en el cual se registran las actividades que se deben realizar en el LBA para dar cumplimiento a la NTC-ISO/IEC 17025. Entre las actividades propuestas, una de las más importantes por ser la base del Sistema de Gestión de Calidad es la documentación, para ello fue necesario realizar la modificación de algunos documentos con los que contaba Laboratorios del Valle desde la implementación del sistema de gestión bajo la norma ISO 9001:2000, sobre todo para cumplir los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025; también se programó la creación de nuevos documentos para facilitar el registro de todas las actividades que llevan al cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025.

Teniendo en cuenta la documentación modificada y creada se realiza la estructuración del documento del Manual de Calidad según el cual se realizarán todas las operaciones dentro del LBA.

La NTC-ISO/IEC 17025 requiere distintos tipos de documentación, tal y como se ilustra en la siguiente pirámide de documentación:



Figura 1 Estructura documental del LBA

El proceso de documentación se realizó teniendo en cuenta los siguientes parámetros:

- El tipo de documento
- La codificación de los documentos
- Las partes que debe llevar un documento
- La presentación de un documento
- La aprobación y el control de los documentos
- La aprobación de las modificaciones de los documentos ya implementados
- El control de los documentos obsoletos
- La protección y la preservación de los documentos
- El periodo de evaluación de los documentos
- La distribución de los documentos
- El almacenamiento de los documentos

Dichos parámetros se encuentran establecidos y definidos en el Procedimiento de Planificación y Mejora “P-PM-01 Elaboración y control de documentos y registros” creado por la empresa Laboratorios del Valle en su proceso de implementación de la Norma ISO 9001:2000.

3.3 IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN BASADO EN LA NTC-ISO/IEC 17025

La implementación del sistema de gestión basado en los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 se realiza en forma paralela al proceso de documentación, conforme se van modificando o creando los documentos son presentados por medio electrónico al Coordinador de Calidad de la empresa Laboratorios del Valle quien se encarga de revisar la estructura del documento y solicitar su aprobación a la Alta Gerencia de la empresa, una vez aprobado el documento se codifica y se entrega a la persona responsable de su modificación o creación para que realice la socialización del mismo al personal clave del LBA, el Coordinador de Calidad incluye el documento en el “F-PM-03 Listado Maestro de Documentos” (Documento interno de la empresa) y lo distribuye al personal del LBA para implementarlo en sus actividades, así el documento entra a hacer parte del Sistema de Gestión de Calidad.

Para el manejo eficiente de la documentación del Sistema de Gestión de Calidad bajo la NTC-ISO/IEC 17025 se determinó almacenar los documentos en medio físico y en medio electrónico: las copias impresas se organizaron en carpetas A-Zs según el tipo de documento, bien sea: instructivo, formato, procedimiento o manual.

Las copias electrónicas se encuentran en el sistema interno de la empresa al cual solo tiene acceso el personal autorizado.

Con el fin de evaluar los resultados obtenidos en el LBA con la implementación de un Sistema de Gestión de Calidad basado en los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025, se aplicó la Lista de Verificación (ver ANEXO C) que se usó en el diagnóstico del LBA.

3.4 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS

La metodología para la validación de los métodos analíticos objeto de esta práctica se basa en los siguientes Procedimientos Operativos Estándar:

- P-LBA-02 POE Determinación de alcalinidad
- P-LBA-09 POE Determinación de pH
- P-LBA-10 POE Determinación de turbidez
- P-LBA-21 POE Determinación de DBO₅
- P-LBA-pp POE Validación de parámetros fisicoquímicos

Los POES para la determinación de los parámetros fisicoquímicos se realizaron siguiendo los lineamientos del Standard Methods for the examination of water and

wastewater de APPA, AWWA y WEF⁴¹. La creación del POE para la validación de parámetros fisicoquímicos se basó en la Guía Eurachem, The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics⁴².

3.4.1 Validación del método potenciométrico SM 4500 H⁺-B para la determinación de pH

3.4.1.1 Alcance

Esta metodología se aplica a la validación del método potenciométrico SM 4500 H⁺-B para la determinación de pH en muestras de: agua potable, agua potable envasada, agua cruda y agua residual. El rango de validación es de 4,01 a 10,01 UpH.

3.4.1.2 Equipo

La validación se realiza con el pH-metro HANNA HI 2212 con certificado de calibración vigente No. MQ-179714-01420 otorgado por la empresa *AISOLUTIONS* Analytical Instruments Solutions S.A.S, el 17 de Julio de 2014.

3.4.1.3 Reactivos y materiales de referencia

- Solución Buffer de 4,01 UpH \pm 0,02 UpH marca HACH, lote A3241
- Solución Buffer de 7,00 UpH \pm 0,02 UpH marca HACH, lote A3248
- Solución Buffer de 10,01 UpH \pm 0,02 UpH marca HACH, lote A3252
- Solución de KCl 3M
- Agua potable*
- Agua potable envasada*
- Agua cruda*
- Agua residual*
- Agua desionizada tipo II**

*Tomada de las muestras que entregan los clientes a Laboratorios del Valle para su análisis.

**Tomada del equipo desionizador MILLI-Di

3.4.1.4 Procedimiento para la medición de pH

Para minimizar las fuentes de errores sistemáticos previo al análisis se debe ajustar el pH-metro Hanna HI 2212 según el I-LBA-14 Instructivo de operación del potenciómetro, además, la sonda se debe sumergir en una solución de KCl 3M

⁴¹ E. W. Rice, R.B. Baird, A.D. Eaton, L.S. Clesceri. Op.Cit. p. 4-91, 2-12, 2-34, 5-5, 4-143

⁴² EURACHEM GUIDE. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. 1998. 69 p.

para evitar daños, la muestra debe estar a temperatura ambiente, el equipo corrige el valor de pH para una temperatura de 24°C y la medición debe realizarse inmediatamente ingresa la muestra al laboratorio

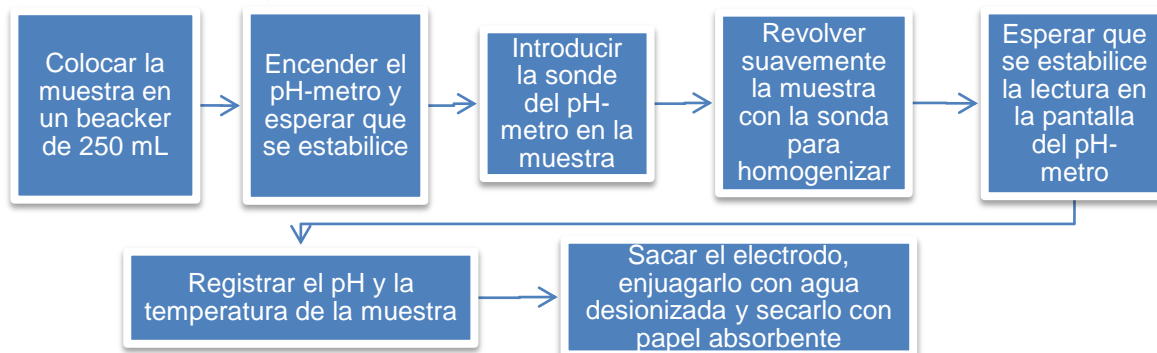


Figura 2 Diagrama de flujo del procedimiento para la determinación de pH

3.4.1.5 Procedimiento de validación

A continuación se presenta la metodología utilizada para el análisis de la exactitud del método potenciométrico.

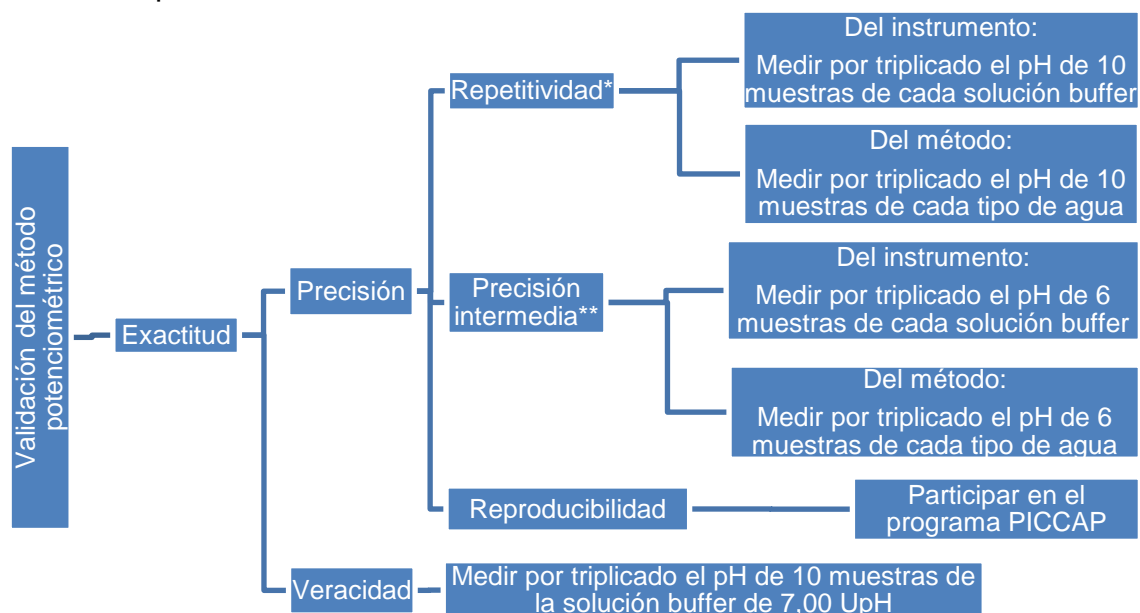


Figura 3 Diagrama de flujo del procedimiento de validación del método potenciométrico

*Bajo condiciones de repetitividad: un analista, un equipo, corto periodo de tiempo

**Bajo condiciones de precisión intermedia: dos analistas, un equipo, corto periodo de tiempo

3.4.2 Validación del método nefelométrico SM 2130-B para la determinación de turbidez

3.4.2.1 Alcance

Esta metodología se aplica a la validación del método nefelométrico SM 2130-B para la determinación de turbidez en muestras de agua potable, agua potable envasada, agua cruda y agua residual. El rango de validación es 0,1-800 NTU.

3.4.2.2 Equipo

La validación se realiza con el medidor de turbidez HACH 2100 con certificado de calibración vigente No. MQ-179714-01411 otorgado por la empresa *AISOLUTIONS* Analytical Instruments Solutions S.A.S, el 17 de Julio de 2014.

3.4.2.3 Reactivos y materiales de referencia

- Solución patrón de formacina de 0,1 NTU *, lote A2233
- Solución patrón de formacina de 10 NTU*, lote A2233
- Solución patrón de formacina de 20 NTU*, lote A2233
- Solución patrón de formacina de 100 NTU*, lote A2233
- Solución patrón de formacina de 800 NTU*, lote A2233
- Agua potable**
- Agua potable envasada**
- Agua cruda**
- Agua residual**

*Las soluciones patrón de formacina estabilizadas Stabcal son preparadas por HACH y contienen el mismo polímero de dispersión de luz que los estándares primarios de turbidez de formacina tradicionales, y se utilizan de la misma manera.

**Tomada de las muestras que entregan los clientes a Laboratorios del Valle para su análisis.

3.4.2.4 Procedimiento para la medición de turbidez

Para minimizar las fuentes de errores sistemáticos, se debe:

- Al tomar una lectura, asegurarse que el instrumento se encuentre sobre una superficie nivelada y estable. No cogerlo con las manos durante la medición.
- Ajustar el equipo HACH 2100 según el I-LBA-11 Instructivo de operación del turbidímetro.
- Almacenar las soluciones patrón en la caja original que las protege de la luz , a una temperatura entre 0 y 25 °C, para un almacenamiento de larga duración, se aconseja una refrigeración a 5 °C.
- Emplear siempre celdas limpias y en buenas condiciones para las mediciones.
- Cerciorarse de que las muestras frías no originen el empañado de la celda.

- Cerrar siempre la celda de la muestra para impedir el derrame de la muestra en el interior del instrumento.
- Mantener cerrada la tapa del compartimiento de la cubeta y evitar la entrada de polvo y suciedad.

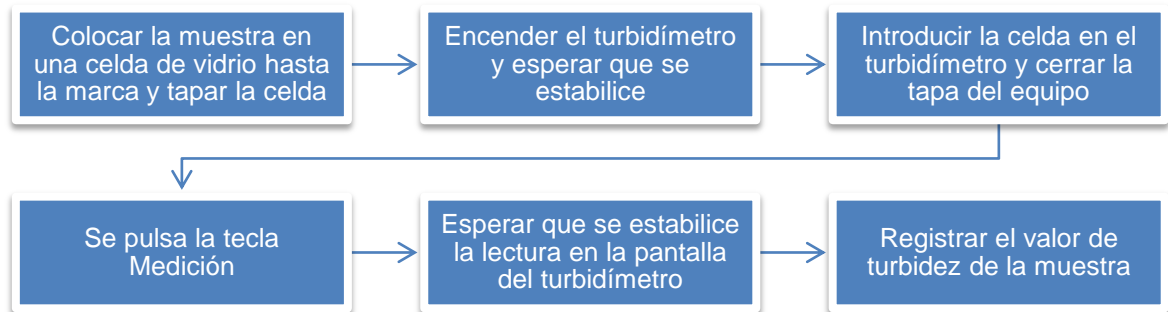


Figura 4 Diagrama de flujo del proceso de determinación de turbidez

3.4.2.5 Procedimiento de validación

A continuación se presenta la metodología utilizada para el análisis de la exactitud del método nefelométrico.

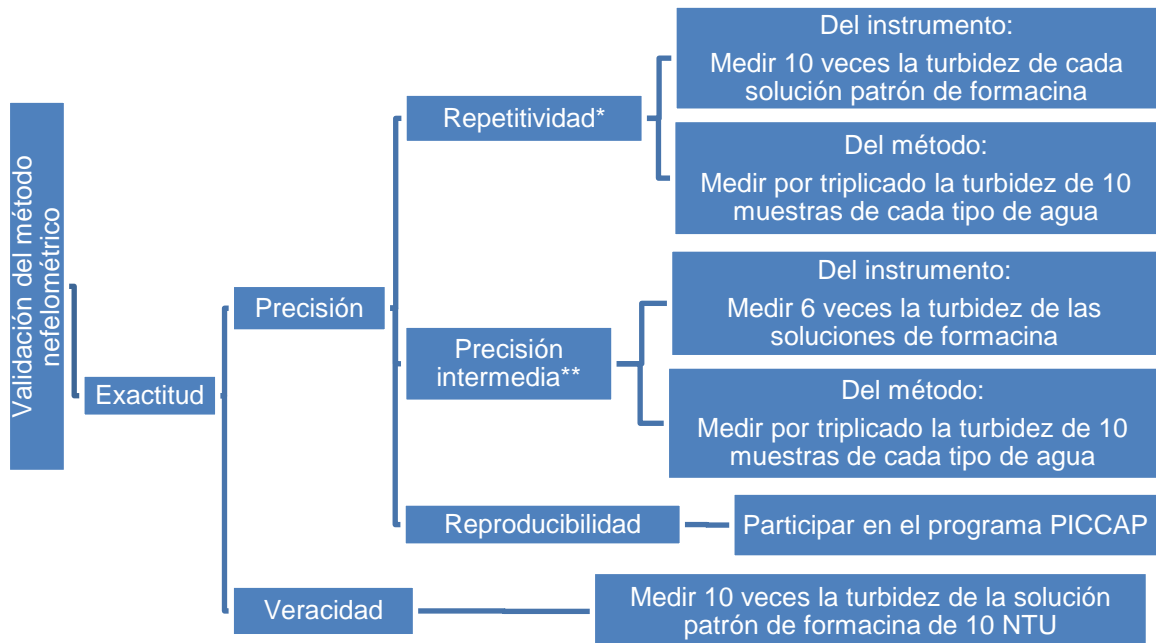


Figura 5 Diagrama de flujo para la validación del método nefelométrico

*Bajo condiciones de repetitividad: un analista, un equipo, corto periodo de tiempo

**Bajo condiciones de precisión intermedia: dos analistas, un equipo, corto periodo de tiempo sobre las soluciones de formacina de 0,1, 20, 100 y 800

3.4.3 Validación del método volumétrico SM 2320-B para la determinación de alcalinidad

3.4.3.1 Alcance

Esta metodología se aplica a la validación del método volumétrico SM 2320-B para la determinación de alcalinidad en muestras de agua potable, agua potable envasada, agua cruda y agua residual. El rango de validación es de 20 a 300 mg CaCO₃/L.

3.4.3.2 Equipos

La validación se realiza con los siguientes equipos, con certificado de calibración vigente, otorgado por *AISOLUTIONS*:

- Balanza analítica SHIMADZU MOC 120-H. Certificado de calibración No. MQ-170714-014 del 17 de julio de 2014
- pH-metro HANNA HI 2212. Certificado de calibración No. MQ-170714-01411 de 17 de julio de 2014

3.4.3.3 Reactivos y materiales de referencia

- Ácido sulfúrico 0,02N, lote 7664-93-9
- Tiosulfato de sodio 0,1M, CAS 352-53
- Agua desionizada tipo II*
- Carbonato de sodio 98-100% de pureza, lote 0000440097
- Indicador mixto: pesar 0,1g de verde de bromocresol y 0,02g de rojo de metilo, disolver en 100 mL de alcohol etílico al 95% y almacenar en frascos ámbar
- Solución patrón de carbonato de sodio 20 ppm: Pesar 20 mg de Na₂CO₃ y aforar a 1 L con agua desionizada.**
- Solución patrón de carbonato de sodio 50 ppm: Pesar 50 mg de Na₂CO₃ y aforar a 1 L con agua desionizada.**
- Solución patrón de carbonato de sodio 100 ppm: Pesar 100 mg de Na₂CO₃ y aforar a 1 L con agua desionizada.**
- Solución patrón de carbonato de sodio 150 ppm: Pesar 150 mg de Na₂CO₃ y aforar a 1 L con agua desionizada.**
- Solución patrón de carbonato de sodio 200 ppm: Pesar 200 mg de Na₂CO₃ y aforar a 1 L con agua desionizada.**
- Solución patrón de carbonato de sodio 250 ppm: Pesar 250 mg de Na₂CO₃ y aforar a 1 L con agua desionizada.**
- Solución patrón de carbonato de sodio 300 ppm: Pesar 300 mg de Na₂CO₃ y aforar a 1 L con agua desionizada.**

*Tomada del equipo desionizador MILLI-Di

**Mantener refrigerado y no conservar por más de una semana.

3.4.3.4 Procedimiento para la medición de alcalinidad

Previo al análisis de muestras se debe adicionar 1 gota de tiosulfato de sodio 0,1M a las muestras de agua que contengan cloro residual.

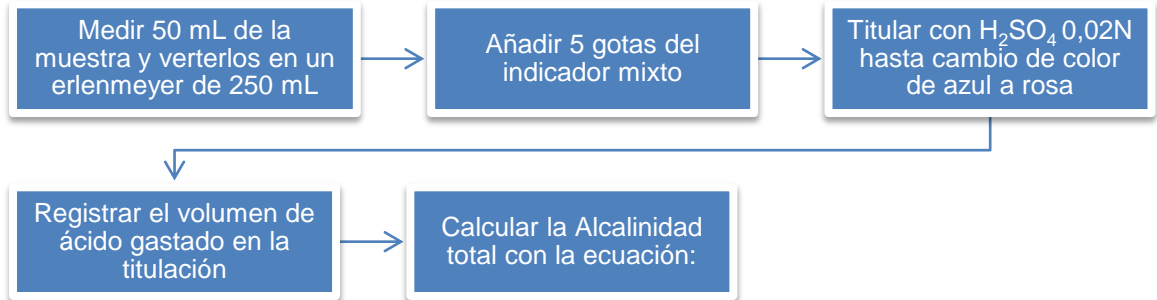


Figura 6 Diagrama de flujo del procedimiento para la determinación alcalinidad

$$\text{Alcalinidad total (mgCaCO}_3\text{/L)} = \frac{A \times N \times 50000}{V} \quad \text{Ecuación 5}$$

Donde: A son los mL de ácido gastado, N la normalidad del ácido y V el volumen de muestra titulado.

3.4.3.5 Procedimiento de validación

A continuación se presenta la metodología utilizada para la validación del método volumétrico:

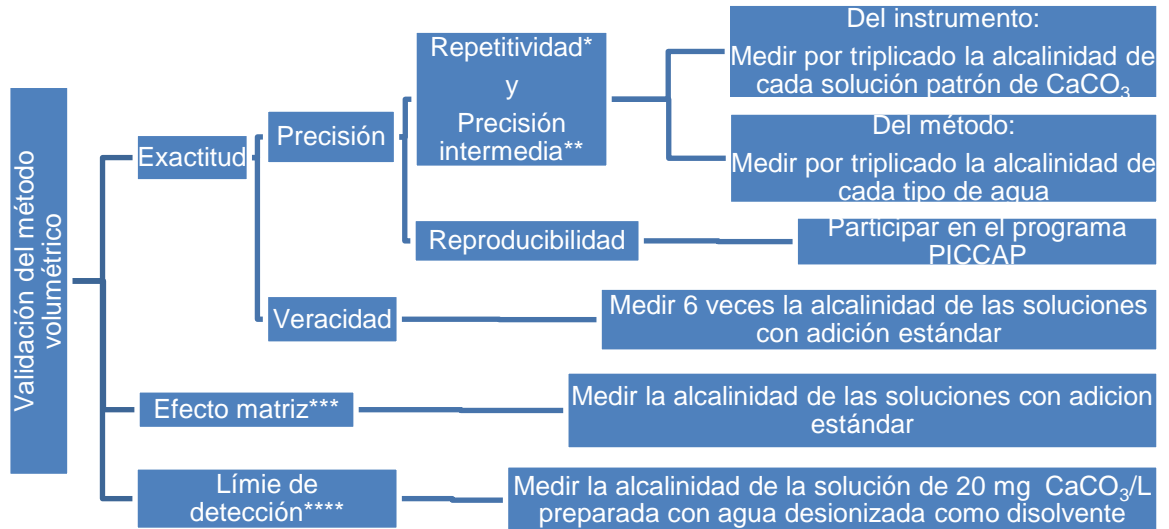


Figura 7 Diagrama de flujo para la validación del método volumétrico

*Bajo condiciones de repetitividad: un analista, un equipo, corto periodo de tiempo

**Bajo condiciones de precisión intermedia: dos analistas, un equipo, corto periodo de tiempo sobre las soluciones de concentración baja, media y alta.

***Mediante el método de adición estándar usando una solución patrón de 4000 ppm Na₂CO₃ y los diferentes tipos de matriz real que se analiza en el LBA: agua potable, agua potable envasada, agua cruda y agua residual

****Se realizan tres mediciones diarias (mañana, medio día y tarde) durante 15 días

3.4.4 Validación del método de incubación/electrométrico SM 5210-B/SM 4500 O-G para la determinación de DBO₅

3.4.4.1 Alcance

Esta metodología se aplica a la validación del método de incubación/electrométrico SM 5210-B/SM 4500 O-G para la determinación de DBO₅ en muestras de agua cruda y agua residual. El rango de validación es de 7 a 300 mg O₂/L

3.4.4.2 Equipos

La validación se realiza con los siguientes equipos:

- Medidor de oxígeno disuelto HACH HQ 40, con certificado de calibración vigente No. MQ-170714-01422 otorgado por *AISOLUTIONS* el 17 de julio de 2014
- Plancha de agitación SCilgex
- Balanza analítica SHIMADZU MOC 120-H , con certificado de calibración vigente No. MQ-170714-01422 otorgado por *AISOLUTIONS* el 17 de julio de 2014
- pH-metro HANNA HI 2212, con certificado de calibración vigente No. MQ-170714-01420 otorgado por *AISOLUTIONS* el 17 de julio de 2014
- Incubadora con control de temperatura
- Bomba de aire para peceras

3.4.4.3 Reactivos y materiales de referencia

- Agua desionizada tipo II
- Agua de dilución: Diluir una almohadilla de nutriente de DBO en 3L de agua desionizada y airear durante dos horas con la bomba de aire para peceras.
- Inóculo: Disolver una cápsula de ez GGA Polyseed (lote 261309-1-1119-47) en 500 mL de agua de dilución, colocar en agitación magnética durante 30 minutos y mantener a 20°C.
- Inhibidor de la nitrificación
- Soluciones patrón de DBO₅ de 7, 80 y 198 mg O₂/L HACH
- Solución patrón de 7 mg O₂/L: Pesar 5,30 mg de glucosa y 5,30 mg de ácido glutámico grado reactivo, disolver en agua desionizada y diluir hasta 1L.
- Solución patrón de 50 mg O₂/L: Pesar 37,90 mg de glucosa y 37,90 mg de ácido glutámico grado reactivo, disolver en agua desionizada y diluir hasta 1L.

- Solución patrón de 80 mg O₂/L: Pesar 60,60 mg de glucosa y 60,60 mg de ácido glutámico grado reactivo, disolver en agua desionizada y diluir hasta 1L.
- Solución patrón de 100 mg O₂/L: Pesar 75,75 mg de glucosa y 75,75 mg de ácido glutámico grado reactivo, disolver en agua desionizada y diluir hasta 1L.
- Solución patrón de 150 mg O₂/L: Pesar 113,64 mg de glucosa y 113,64 mg de ácido glutámico grado reactivo, disolver en agua desionizada y diluir hasta 1L.
- Solución patrón de 200 mg O₂/L: Pesar 151,50 mg de glucosa y 151,50 mg de ácido glutámico grado reactivo, disolver en agua desionizada y diluir hasta 1L.
- Solución patrón de 300 mg O₂/L: Pesar 227,27 mg de glucosa y 227,27 mg de ácido glutámico grado reactivo, disolver en agua desionizada y diluir hasta 1L.
- Tiosulfato de sodio 0,1 M
- Ácido sulfúrico 1N: Añadir 28 mL de H₂SO₄ concentrado a agua desionizada y diluir a 1L.
- Hidróxido de sodio 1 N: Disolver 40 g de NaOH en agua desionizada y diluir a 1 L.

3.4.4.4 Procedimiento para la medición de DBO₅

La medición de DBO₅ exige que se puedan garantizar las siguientes condiciones mínimas:

- Que las muestras dispongan de una población uniforme, capaz de digerir la materia orgánica existente en la muestra. Por lo tanto, si no existe una población aeróbica en la muestra original, será necesario adicionarla de manera artificial, condición que se logra satisfactoriamente agregando al agua de dilución, una alícuota de la solución de inóculo.
- Que las muestras estén exentas de algas o de que si éstas existen no puedan prosperar, esto se logra con la incubación a oscuras.
- Que la incubación se efectúe a una temperatura determinada y constante (20±1°C), si se tiene en cuenta que la temperatura afecta significativamente el crecimiento y el metabolismo de los microorganismos y que pequeñas variaciones en éste parámetro, afectan apreciablemente el crecimiento.
- La muestra para el análisis de DBO puede degradarse significativamente durante el almacenamiento entre la recolección y su análisis, resultando en valores bajos de DBO. Esto se minimiza analizando rápidamente la muestra.
- Realizar control de calidad al agua de dilución ya que su DBO₅ aparece como DBO₅ de la muestra. El agua de dilución idónea para este método consume menos de 0,2 mg O₂/L al cabo de los 5 días de incubación, de lo contrario se debe cambiar la fuente de agua.

- Si la muestra tiene cloro residual debe eliminarse con una gota de tiosulfato de sodio.

- **Para muestras de agua cruda**

El siguiente procedimiento también es aplicable a muestras de agua residual que presenten un valor de OD_i menor a 7 mg O_2/L

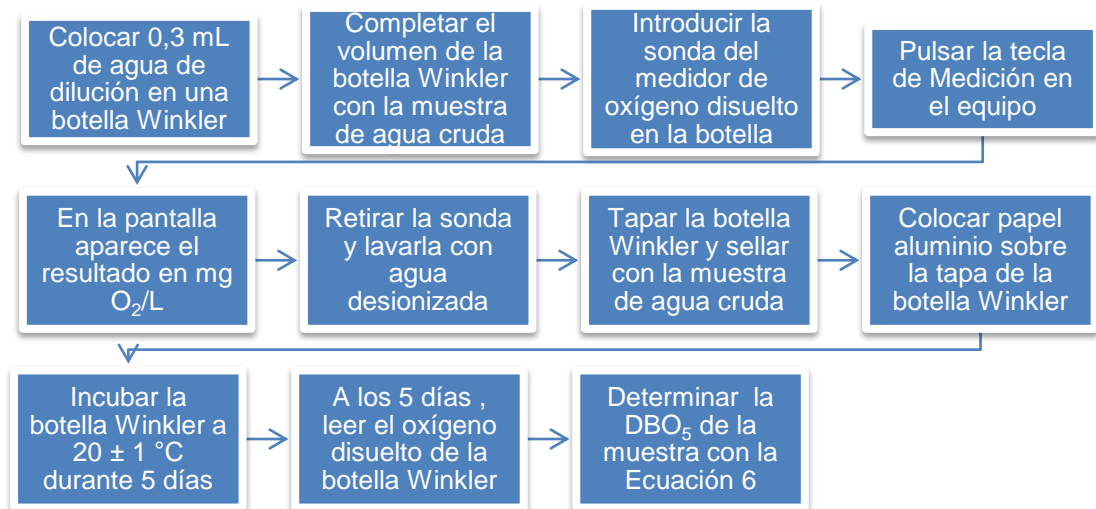


Figura 8 Diagrama de flujo para determinar DBO_5 en agua cruda

$$DBO_5 \left(\text{mg } O_2/L \right) = (OD_i - OD_f) \quad \text{Ecuación 6}$$

Donde OD_i es el valor del oxígeno disuelto inicial de la muestra y OD_f es el oxígeno disuelto después de la incubación de la muestra.

- **Para muestras de agua residual**

El siguiente procedimiento también es aplicable a muestras de agua cruda que presenten un valor de OD_i mayor a 7 mg O_2/L .

$$DBO_5 \left(\text{mg } O_2/L \right) = [(OD_i - OD_f) - \overline{ICF}] * (300/V_m) \quad \text{Ecuación 7}$$

Dónde: OD_i es el oxígeno disuelto inicial de la muestra; OD_f es el oxígeno disuelto después de la incubación de la muestra; \overline{ICF} es el factor de control del inóculo que se calcula con la Ecuación No. 8; 300 es el volumen total de las botellas Winkler; V_m es el volumen de la muestra.

$$\overline{ICF} = (B_1 - B_2) * F \quad \text{Ecuación 8}$$

Dónde: B_1 es el OD del inóculo antes de la incubación; B_2 es el OD del inóculo después de la incubación y F es el factor entre el volumen de inóculo en la muestra (3 mL)/volumen de inóculo en cada botella (10, 15, 20 y 25 mL).

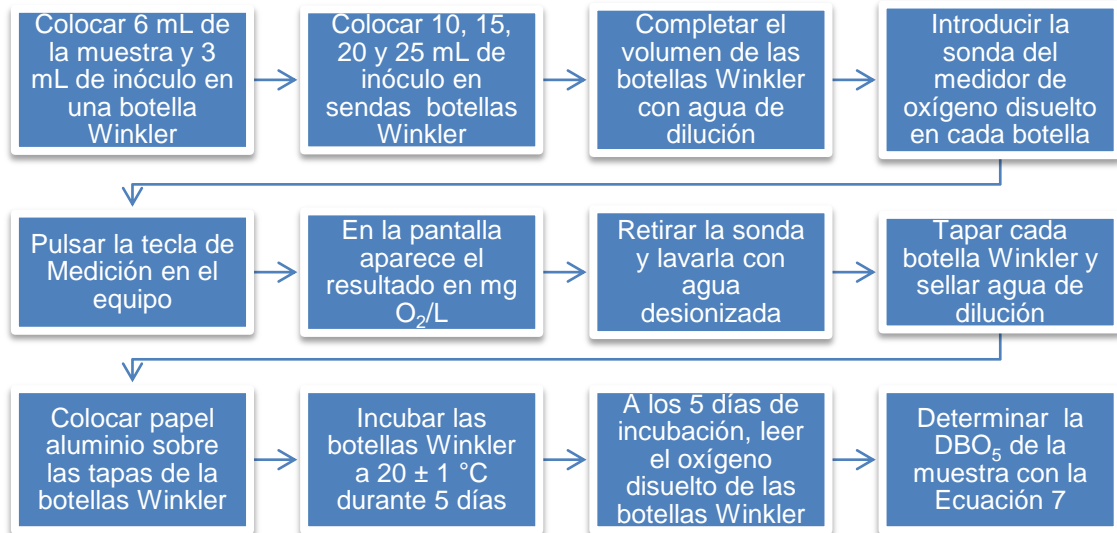


Figura 9 Diagrama de flujo para determinar DBO₅ en agua residual

3.4.4.5 Procedimiento de validación

A continuación se presenta la metodología utilizada para el análisis de la exactitud, del efecto matriz y del límite de detección del método de incubación/electrométrico; con estos datos se realiza el análisis de los demás parámetros de validación.

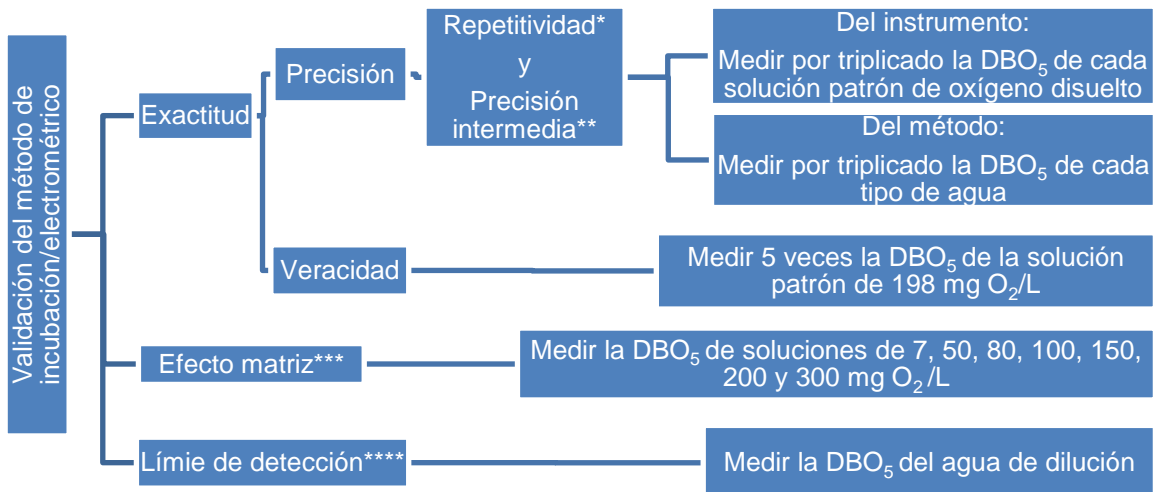


Figura 10 Diagrama de flujo para la validación de DBO₅

*Bajo condiciones de repetitividad: un analista, un equipo, corto periodo de tiempo

**Bajo condiciones de precisión intermedia: dos analistas, un equipo, corto periodo de tiempo

***Mediante el método de adición estándar usando una solución patrón de 1000 mg O₂/L y los diferentes tipos de matriz real que se analiza en el LBA: agua potable, agua potable envasada, agua cruda y agua residual

***Se realizan tres mediciones diarias (mañana, medio día y tarde) durante 15 días.

3.5 TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE DATOS

El tratamiento estadístico de los datos obtenidos en la validación de los métodos analíticos se realiza con el software especializado STATGRAPHICS Centurion XV, dentro del cual se utilizan las siguientes herramientas estadísticas:

- Análisis de varianza
- Comparación de dos muestras independientes
- Análisis de regresión
- Prueba de Grubbs
- Prueba de Shapiro-Wilk
- Prueba t de student
- Prueba F de Fisher
- Prueba W de Mann-Whitney (Wilcoxon)

3.5.1 Exactitud

La exactitud es una cualidad de la medición por lo tanto se evalúa con parámetros cuantificables como son: la precisión y la veracidad.

3.5.1.1 Precisión

• Repetitividad

Se realiza la identificación de valores atípicos con el análisis de datos continuos en el programa Statgraphics, este análisis identifica posibles valores aberrantes en muestras de poblaciones normales mediante la prueba de Grubbs, si existe evidencia de valores atípicos se realiza el análisis de datos con y sin éstos para observar el efecto de este valor sobre el conjunto de datos.

Aunque la prueba de Grubbs asume normalidad en el conjunto de datos, se comprueba esta distribución mediante la prueba de Shapiro-Wilk el cual arroja un valor-P que debe ser mayor o igual a 0,05 para determinar que los datos presentan una distribución normal.

Se calcula el coeficiente de variación de Horwitz (%CV_H) con la siguiente ecuación:

$$\%CV_H = 2^{1-0,5 \log c} \quad \text{Ecuación 9}$$

Donde: c es la concentración del analito expresado en potencia de 10:

Cuadro 1 Concentración de analito expresado en potencia de 10

Concentración	Razón en potencia de 10
100%	1
10%	1^{-1}
1%	1^{-2}
0,1%	1^{-3}
0,01% = 100 ppm	1^{-4}
10 ppm	1^{-5}
1 ppm	1^{-6}

Una vez calculado el valor teórico predicho por Horwitz ($\%CV_H$), se compara con el valor del coeficiente de variación ($\%CV$) obtenido con el análisis de datos continuos de una variable para cada nivel de concentración, mediante el parámetro HorRat:

$$HorRat = \frac{\%CV}{\%CV_H} \quad \text{Ecuación 10}$$

En condiciones de repetitividad, el valor del parámetro HorRat debe ser menor a 1,3 para ser considerados resultados precisos en términos de repetitividad.

El coeficiente de variación de Horwitz y su parámetro no son aplicables a métodos físicos⁴³, por lo tanto para el análisis de repetitividad del método potenciométrico se tiene en cuenta el valor del coeficiente de variación ($\%CV$) el cual debe ser menor a 1% para considerar resultados precisos en términos de repetitividad⁴⁴.

Para el análisis de repetitividad en muestras reales, es decir en muestras de agua potable, agua potable envasada, agua cruda y agua residual, los resultados deben presentar un $\%CV$ menor a 3,7% para ser considerados precisos en términos de repetitividad.

- **Precisión intermedia**

Se identifica los valores atípicos con la prueba de Grubbs y se aplica la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk, como se indicó en repetitividad.

⁴³ W Horwitz, R Albert. The Horwitz ratio (HorRat): A useful index of method performance with respect to precisión. Association of Analytical Chemistry, 89(4), 1095-1109 (2006).

⁴⁴ ICH Topic Q₂ Validation of Analytical Methods, The European Agency for the Evaluation of Medicinal Products. CPMP/ICH/381/95.

Se realiza un análisis de varianza de comparación de dos muestras o conjuntos de datos, dentro del cual se obtienen los resultados de la prueba t para comparación de medias (\bar{X}), la prueba F para comparación de desviaciones estándar (S), la prueba W para comparación de medianas (Me) y la prueba de Kolmogorov-Smirnov para comparar las distribuciones (N) de los dos conjuntos de datos. Las hipótesis para cada una de las pruebas estadísticas son:

Tabla 3 Hipótesis y criterios de aceptación de las pruebas estadísticas

Prueba estadística	Hipótesis nula (H ₀)	Hipótesis alternativa (H _i)	Criterio de aceptación de H ₀
Prueba t	$\bar{X}_1 = \bar{X}_2$	$\bar{X}_1 \neq \bar{X}_2$	valor-P > 0,05
Prueba F	$S_1 = S_2$	$S_1 \neq S_2$	valor-P > 0,05
Prueba W	$Me_1 = Me_2$	$Me_1 \neq Me_2$	valor-P > 0,05
Prueba K-S	$N_1 = N_2$	$N_1 \neq N_2$	valor-P > 0,05

El valor del coeficiente de variación (%CV) debe ser menor a 2% para considerar resultados precisos en términos de precisión intermedia.

Los anteriores criterios también son aplicables al análisis de la precisión intermedia de muestras reales.

- **Reproducibilidad**

El LBA participó en el Programa Interlaboratorio de Control de Calidad de Aguas Potables (PICCAP) del Instituto Nacional de Salud en el presente año con el fin de evaluar el proceso de validación de los métodos analíticos. Hasta el momento se ha realizado 1 envío, en el cual, el Instituto Nacional de Salud envió al LBA dos muestras de ensayo por cada parámetro fisicoquímico aplicable al agua potable objetivo de esta práctica.

El análisis de las muestras de ensayo se realizó bajo los procedimientos operativos estándar implementados en el LBA y la disposición de los ítems de ensayo se realizó siguiendo el procedimiento descrito en el documento “Instrucciones para el Procesamiento de los Ítems de Ensayo–Programa PICCAP” de Instituto Nacional de Salud.

Al recibir el material de ensayo se refrigeró inmediatamente a temperatura de 2 – 5°C. Antes de los análisis de pH, turbidez y alcalinidad se dejó que las muestras se equilibren a la temperatura de trabajo en el laboratorio. Antes de abrir cada frasco que contiene el material de ensayo se agitó muy bien para homogenizar y así obtener adecuadamente la porción de ensayo, luego se procedió de la siguiente manera:

- pH: Se abrió el frasco identificado como pH-1, se transfirió el contenido del frasco pH-1 en un beacker de 250 mL limpio y seco. Se determinó el pH de la muestra. Se procedió de igual forma para el frasco identificado como pH-2.
-
- Turbidez: Se abrió el frasco identificado como Turbiedad 1, se transfirió el contenido del frasco Turbiedad 1 a un beacker de 250 mL limpio y seco, se agitó muy bien hasta completa homogenización, se tomaron 10 mL del concentrado y transfirió a un balón volumétrico de 1000 mL y se aforó con agua libre de turbidez y se realizó el análisis de turbidez de inmediato. Se procedió de igual forma con el frasco identificado como Turbiedad 2.
- Alcalinidad: En un balón volumétrico de 1000 mL se adicionaron aproximadamente 900 mL de agua destilada desionizada, se agregó a éste balón 10 mL de la solución contenida en el frasco identificado como Minerales 1 y 10 mL de la solución contenida en el frasco identificado como Minerales 1.1, se mezcló suavemente, se aforó con agua desionizada y se agitó para homogenizar. Se tomaron 50 mL de esta solución, se transfirieron a un Erlenmeyer de 250 mL y se tituló con ácido sulfúrico 0,02N. De igual forma se procedió con los frascos identificados como Minerales 2 y 2.2.

Los resultados se enviaron vía electrónica al Instituto Nacional de Salud siguiendo el “Instructivo Ingreso de Resultados-PICCAP”.

3.5.1.2 Veracidad

Se identifica los valores atípicos con la prueba de Grubbs y se aplica la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk, como se indicó en repetitividad.

La veracidad es un parámetro cualitativo por lo tanto se evalúa con un parámetro cuantitativo como el sesgo, para ello se debe encontrar la diferencia en valor absoluto entre el promedio de los valores obtenidos (X_i) y el valor de referencia (X) así:

$$\text{Sesgo} = ||X_i - X|| \quad \text{Ecuación 11}$$

Para evaluar el sesgo se aplica la prueba t de student, el valor de $t_{\text{calculado}}$ se obtiene con la siguiente ecuación:

$$t_{\text{calc}} = \frac{||X_i - X||}{S \times \sqrt{n}} \quad \text{Ecuación 12}$$

Donde: $||X_i - X||$ es el sesgo, S es la desviación estándar y n es el número de valores obtenidos.

El valor de t_{Tabulado} corresponde a un nivel de confianza del 95% (P = 0,05) y n-1 grados de libertad.

Si se cumple que $t_{\text{calc}} < t_{\text{Tab}}$ no hay diferencias significativas, por lo tanto el método analítico cumple con el criterio de veracidad.

Para el caso puntual del método volumétrico para el cual no se cuentan con patrones de referencia, se realiza adición estándar de las matrices reales y se calcula el porcentaje de recuperación con la siguiente ecuación:

$$\%Rec = \frac{C_e - C_o}{C_a} \times 100 \quad \text{Ecuación 13}$$

Dónde: C_e es la concentración de analito de la muestra enriquecida; C_o es la concentración de analito medida en la muestra sin adicionar y C_a es la concentración de analito adicionado a la muestra.

Los resultados obtenidos deben presentar un %Rec dentro del rango de 95% - 105%.

3.5.2 Linealidad

3.5.2.1 Rango lineal

Con los datos obtenidos en el análisis de la repetitividad de señal analítica (Y) Vs concentración (X) se construye una curva de calibración y se realiza un análisis de regresión simple de un factor, el cual arroja los valores del intercepto (a) y la pendiente (b) de la ecuación lineal:

$$Y = a + b * X \quad \text{Ecuación 14}$$

El valor de coeficiente de correlación (r) que debe ser cercano a 1 y el valor-P que debe ser $<0,05$ para afirmar que existe relación estadísticamente significativa entre la señal y la concentración.

Se realiza una prueba de contraste F para determinar si existe o no relación lineal entre la señal analítica y la concentración, el análisis de varianza en el programa Statgraphics proporciona el valor de $F_{\text{calculado}}$, el valor de F_{Tabulado} puede obtenerse de una tabla estadística donde el numerador tiene 1 grado de libertad y el denominador $n-2$ grados de libertad.

Se toma como hipótesis nula (H_o) que no existe relación lineal entre la señal analítica y la concentración y como hipótesis alternativa (H_i) que hay relación lineal entre la señal y la concentración. Si $F_{\text{calc}} > F_{\text{Tab}}$ se rechaza la H_o y se acepta la H_i .

Finalmente, se calcula y grafica los valores residuales (diferencia entre el valor de la señal y el valor predicho por la línea recta para cada valor de concentración). Una distribución aleatoria confirma la linealidad del método.

3.5.2.2 Sensibilidad

Se aplica la prueba de contraste t de student a la pendiente obtenida con la curva de calibración, para ello se obtiene el valor de $t_{calculado}$ con la siguiente ecuación:

$$t_{calc} = \frac{b}{S_b} \quad \text{Ecuación 15}$$

Dónde: b es la pendiente de la curva de calibración y S_b es la desviación estándar de la pendiente (este valor se obtiene del análisis de varianza que se realizó para el análisis de la linealidad).

El valor de $t_{Tabulado}$ corresponde a un nivel de confianza del 95% ($P = 0,05$) y $n-2$ grados de libertad.

Se adopta como hipótesis nula (H_0) que $m=0$ y H_i que $m \neq 0$. Si $t_{calc} > t_{Tab}$ se rechaza la hipótesis nula y la pendiente no toma valores de cero, por lo tanto el método se considera sensible a los cambios de concentración.

3.5.2.3 Efecto matriz

En esta práctica se realiza el análisis del efecto matriz en el método volumétrico, para ello se construye una gráfica de la señal analítica (Y) Vs la concentración de analito adicionada (X) y se obtiene el valor de la pendiente (b), el intercepto (a) y el coeficiente de correlación (r).

La presencia de efecto matriz se detecta comparando la pendiente obtenida en la curva de calibración y las pendientes obtenidas con adición del analito sobre cada una de las muestras de agua objeto de validación. Para ello, se realiza el análisis de varianza en el programa Statgraphics el cual arroja el valor de la desviación estándar asociada a la pendiente, con estos valores se calcula la desviación estándar combinada (S_R) empleando la siguiente ecuación:

$$S_R = \sqrt{\left\{ \frac{S_{bEM}^2}{b^2} + \frac{(b_{EM}^2 \times S_b^2)}{b^4} \right\}} \quad \text{Ecuación 16}$$

Donde: S_{bEM} es la desviación estándar de la pendiente (b_{EM}) de la recta obtenida para el Efecto Matriz; b_{EM} es el valor de la pendiente (b_{EM}) de la recta obtenida para el Efecto Matriz; S_b es la desviación estándar de la pendiente (b) obtenida en la recta de calibrado y b es el valor de la pendiente obtenida en la recta de calibrado.

Con los valores de las pendientes, tanto de calibrado como de adición estándar, se calcula el valor del cociente R así:

$$R = \frac{b_{EM}}{b} \quad \text{Ecuación 17}$$

Si las pendientes comparadas son prácticamente iguales, el cociente R no debe ser significativamente distinto de 1.

Seguidamente se aplica la prueba t de student, el valor de t_{calc} se obtiene con la siguiente ecuación:

$$t_{calc} = \frac{|R-1|}{S_R} \quad \text{Ecuación 18}$$

El valor de t_{calc} se compara con el factor de cobertura $K=2$ para un nivel de confianza del 95%. Por lo tanto, si $t_{calc} < 2$ las pendientes son comparables y no existe evidencia de efecto matriz sobre las muestras reales. Si $t_{calc} > 2$, las pendientes no son comparables y existe evidencia de efecto matriz sobre las muestras reales.

3.5.2.4 Límite de detección y límite de cuantificación

Para los métodos volumétrico y de incubación/electrométrico se identifica los valores atípicos con la prueba de Grubbs. Se realiza un análisis de datos continuos de una variable y se obtiene el valor de la desviación estándar (S) de los datos, los límites de detección y de cuantificación se calculan con las siguientes ecuaciones:

$$LD = \bar{Y}_B + 3S \quad \text{Ecuación 19}$$

$$LC = \bar{Y}_B + 10S \quad \text{Ecuación 20}$$

Donde: \bar{Y}_B es la media de las lecturas del blanco.

3.5.2.5 Intervalo de trabajo

El intervalo de trabajo se establece tomando el valor del Límite de Cuantificación como límite inferior, y el valor superior del intervalo lineal como límite superior del rango.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 DIAGNÓSTICO DEL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS, AGUAS Y SUPERFICIES (LBA) BASADO EN LOS REQUISITOS DE LA NTC-ISO/IEC 17025

4.1.1 Lista de verificación

Se aplicó la lista de verificación (Ver ANEXO A) en las instalaciones de Laboratorios del Valle contando con el apoyo de la Alta gerencia, el Coordinador de Calidad, la profesional en química y la auxiliar técnica del LBA. Las respuestas se dieron en forma cualitativa, por lo tanto fue necesaria su cuantificación para realizar el respectivo análisis por medio de herramientas estadísticas como la construcción de histogramas comparativos, dicha cuantificación se realizó teniendo en cuenta la siguiente puntuación:

Cuadro 2 Tabulación de la lista de verificación

Respuesta	Puntuación
SI	5
DI	5
DNI	3
NDA	1,5
NO	0
NDNA	0
NA	--

Se otorgó el mayor puntaje (5) a las respuestas que indican el total cumplimiento del requisito en cuestión y el menor puntaje (0) a las respuestas que sugieren un incumplimiento total del requisito. Según la anterior puntuación y teniendo en cuenta que el total de preguntas de la lista de verificación es 254, el mayor puntaje posible es de 1270 puntos; sin embargo existen 26 preguntas que no son de aplicabilidad en el Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies, por lo tanto, para la presente práctica, el total de preguntas es de 228, con un puntaje máximo posible de 1140 puntos, que ha sido tomado como resultado de todas las condiciones favorables y viables en el LBA. De las 228 preguntas 107 (535 puntos posibles) corresponden a los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025 y 121 (605 puntos posibles) a los requisitos técnicos.

A continuación se presenta la matriz del diagnóstico con los resultados de los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025:

Tabla 4 Matriz del diagnóstico para los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025

Requisitos de gestión \ Respuestas	Si		No		Puntos (0)		Puntos (5)		Puntos (3)		Puntos (1,5)		Puntos (0)		Puntaje Total/ Máximo
	SI	Puntos (5)	No	Puntos (0)	DI	Puntos (5)	DNI	Puntos (3)	NDA	Puntos (1,5)	NDNA	Puntos (0)	NA		
Organización	1	5	3	0	1	5	2	6	1	1,5	3	0	3	17,5/55	
Sistema de Gestión	0	0	6	0	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0/40	
Control de documentos	4	20	1	0	0	0	3	9	1	1,5	3	0	0	29/60	
Revisión de solicitudes, ofertas y contratos	0	0	3	0	0	0	0	0	0	0	5	0	0	0/40	
Subcontratación	0	0	2	0	0	0	2	6	2	3	0	0	0	9/30	
Compra de servicios y suministros	0	0	0	0	0	0	3	9	0	0	1	0	0	9/20	
Servicio al cliente	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0/10	
Quejas	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0/10	
Control de ensayos no conformes	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	5	0	0	0/25	
Mejora	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0/5	
Acciones correctivas	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	0	0	0/20	
Acciones preventivas	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0/15	
Control de Registros	5	25	4	0	0	0	2	6	1	1,5	5	0	0	32,5/85	
Auditorías Internas	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	6	0	1	0/35	
Revisión por parte de la Dirección	0	0	13	0	0	0	0	0	0	0	5	0	0	0/90	
Total														97/535	

El LBA presenta un 18,13% de cumplimiento de los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025, siendo puntos críticos aquellos que presentan un incumplimiento total de los requisitos, como son:

- Sistema de gestión
- Servicio al cliente
- Mejora
- Quejas
- Acciones correctivas
- Acciones preventivas

- Control de ensayos no conformes
- Auditorías internas
- Revisión de solicitudes, ofertas y contratos
- Revisión por parte de la dirección

A continuación se presenta la matriz del diagnóstico con los resultados de los requisitos técnicos de la NTC-ISO/IEC 17025:

Tabla 5 Matriz del diagnóstico para los requisitos técnicos de la NTC-ISO/IEC 17025

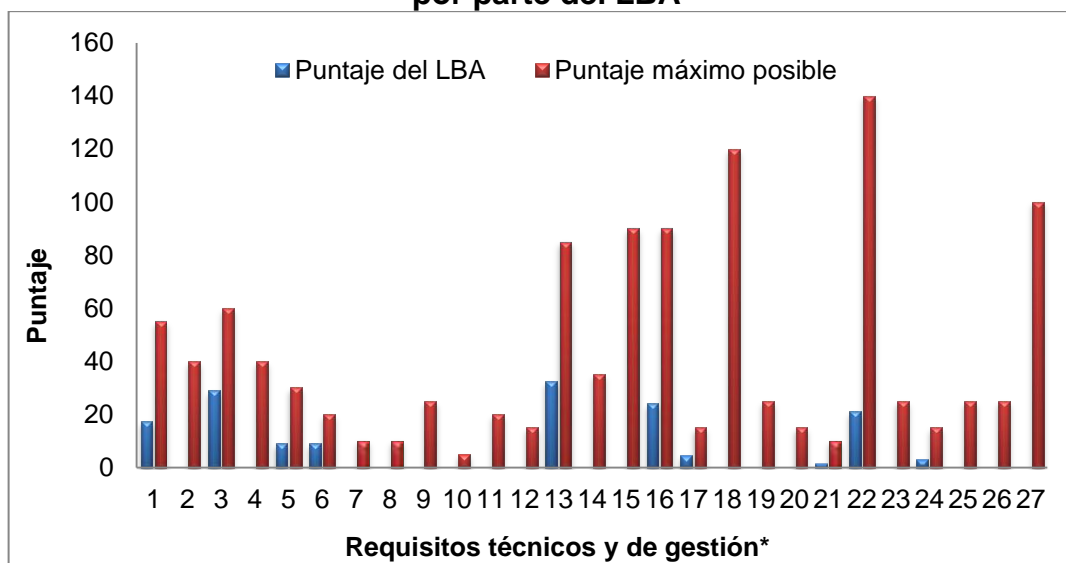
Requisitos Técnicos	Respuestas													Puntaje Total/ Máximo
	Si	Puntos (5)	No	Puntos (0)	DI	Puntos (5)	DNI	Puntos (3)	NDA	Puntos (1,5)	NDNA	Puntos (0)	NA	
Personal	2	10	7	0	1	5	2	6	2	3	4	0	1	24/90
Instalaciones y Condiciones Ambientales	0	0	0	0	0	0	1	3	1	1,5	1	0	4	4,5/15
Métodos de ensayo	0	0	20	0	0	0	0	0	0	0	4	0	0	0/120
Validación	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	3	0	0	0/25
Estimación de la incertidumbre	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	2	0	1	0/15
Control de datos	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1,5	1	0	0	1,5/10
Equipos	1	5	12	0	2	10	1	3	2	3	10	0	4	21/140
Trazabilidad de las medidas	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	4	0	0	0/25
Manipulación de objetos de ensayo	0	0	0	0	0	0	0	0	2	3	1	0	0	3/15
Aseguramiento de la calidad de los resultados	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	3	0	0	0/25
Control de la calidad	0	0	4	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0/25
Informes de resultados	0	0	15	0	0	0	0	0	0	0	5	0	12	0/100
														Total
														54/605

El Laboratorio de Control de Calidad de Laboratorios del Valle presenta un 10,69% de cumplimiento de los requisitos técnicos de la NTC-ISO/IEC 17025, los puntos críticos son:

- Métodos de ensayo
- Trazabilidad de las medidas
- Estimación de la incertidumbre
- Control de Calidad
- Aseguramiento de la calidad de los resultados
- Informe de resultados
- Validación

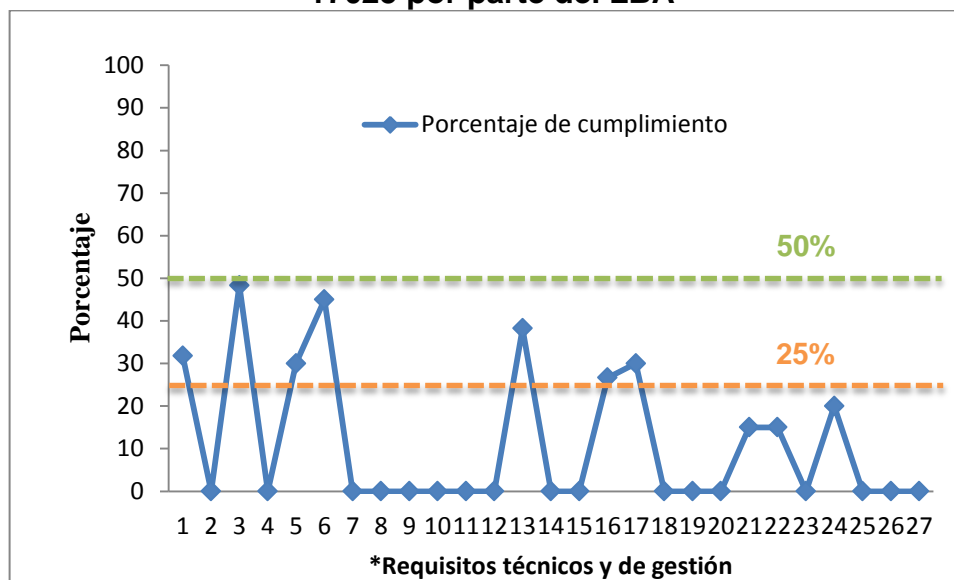
La suma de los valores totales de las tablas 4 y 5 da como resultado 151 puntos de un total de 1040 puntos posibles. Este puntaje representa un porcentaje de 14,52% de cumplimiento de los requisitos que exige la NTC- ISO/IEC 17025. La siguiente gráfica representa el puntaje de cumplimiento de cada requisito en relación al puntaje máximo posible de la lista de verificación:

Gráfica 1 Nivel de cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 por parte del LBA



En la anterior gráfica se presenta un histograma de comparación entre el puntaje que aporta el cumplimiento total de cada requisito de la NTC-ISO/IEC 17025 (barras rojas) y el puntaje obtenido por el LBA (barras azules), las cuales deberían alcanzar la altura de las barras de color rojo para indicar que el Laboratorio cumple a cabalidad con cada uno de los requisitos exigidos por la NTC-ISO/IEC 17025. Para el caso de los requisitos identificados con los números 2, 4, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 14, 15, 18, 19, 20, 23, 25, 26 y 27 se evidencia una altura nula de las barras azules, lo que quiere decir que existe incumplimiento total de estos requisitos por parte del LBA. En la gráfica también se observa que ninguna de las barras azules alcanza la mitad de la altura de su correspondiente barra roja, este bajo cumplimiento se observa más claramente en la siguiente gráfica, en la cual se relaciona el porcentaje de cumplimiento por parte del LBA con cada requisito de la NTC-ISO/IEC 17025.

Gráfica 2 Porcentaje de cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 por parte del LBA



*Requisitos técnicos y de gestión:

- | | |
|---|---|
| 1. Organización | 15. Revisión por parte de la Dirección |
| 2. Sistema de gestión | 16. Personal |
| 3. Control de documentos | 17. Instalaciones y Condiciones Ambientales |
| 4. Revisión de solicitudes, ofertas y contratos | 18. Métodos de ensayo |
| 5. Subcontratación | 19. Validación |
| 6. Compra de servicios y suministros | 20. Estimación de la incertidumbre |
| 7. Servicio al cliente | 21. Control de datos |
| 8. Quejas | 22. Equipos |
| 9. Control de ensayos no conformes | 23. Trazabilidad de las medidas |
| 10. Mejora | 24. Manipulación de objetos de ensayo |
| 11. Acciones correctivas | 25. Aseguramiento de la calidad de los resultados |
| 12. Acciones preventivas | 26. Control de la calidad |
| 13. Control de Registros | 27. Informes de resultados |
| 14. Auditorías Internas | |

En las gráficas 1 y 2 se observa el bajo nivel de cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 por parte del LBA; de los 27 requisitos de dicha norma la mayoría, es decir 17 de ellos, presentan un 0% de cumplimiento de la norma, 3 de los requisitos se cumplen en un porcentaje menor al 25%, 7 requisitos se encuentran en un porcentaje de cumplimiento entre el 25% y el 50% y ninguno de los requisitos se cumple en un 100%.

Del bajo nivel de cumplimiento de la NTC-ISO/IEC 17025 por parte del LBA se deriva la necesidad de elaborar un plan de acción (Ver ANEXO B) en el que se establecen las actividades que se deben realizar para cumplir los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 y las personas responsables de realizar cada actividad propuesta.

4.2 DOCUMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN BASADO EN LA NTC-ISO/IEC 17025

Según la política de confidencialidad de Laboratorios del Valle la documentación creada o modificada para el cumplimiento de los objetivos de esta práctica forma parte del Sistema de Gestión de Calidad interno de la empresa y no puede ser presentada o distribuida por fuera de ella. Por lo tanto, a continuación cito la lista de aquellos documentos creados o modificados dentro del LBA para facilitar el registro de todas las actividades que llevan al cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025:

4.2.1 Procedimientos

- P-LBA-02 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de alcalinidad
- P-LBA-03 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de cloro residual
- P-LBA-04 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de cloruros
- P-LBA-05 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de conductividad
- P-LBA-06 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de dureza cálcica y total
- P-LBA-07 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de fluoruros
- P-LBA-08 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de hierro
- P-LBA-09 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de pH
- P-LBA-10 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de turbidez
- P-LBA-11 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de nitritos y nitratos
- P-LBA-12 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de color
- P-LBA-21 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de DBO_5
- P-LBA-30 Trámite para la prestación de servicio de control de calidad
- P-LBA-33 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de DQO
- P-LBA-34 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de fosfatos
- P-LBA-43 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de sulfatos
- P-LBA-44 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de oxígeno disuelto
- P-LBA-45 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de sólidos suspendidos
- P-LBA-46 Procedimiento Operativo Estándar para la determinación de sólidos totales disueltos
- P-LBA-pp Procedimiento Operativo Estándar para validación de parámetros fisicoquímicos
- P-LBA-pp Plan de acción

4.2.2 Instructivos

- I-LBA-01 Instructivo de muestreo, transporte y recepción de muestras de agua, alimentos y superficies
- I-LBA-02 Instructivo de diligenciamiento de actas de toma de muestra
- I-LBA-04 Instructivo mantenimiento, inventario y stock del laboratorio
- I-LBA-05 Instructivo parámetros y medios para el análisis fisicoquímico y microbiológico de aguas y alimentos
- I-LBA-07 Instructivo control de agua desionizada
- I-LBA-08 Instructivo especificaciones de los reactivos para análisis fisicoquímicos
- I-LBA-11 Instructivo de operación del turbidímetro
- I-LBA-12 Instructivo de operación del espectrofotómetro
- I-LBA-13 Instructivo de operación de conductímetro
- I-LBA-14 Instructivo de operación del pH-metro
- I-LBA-15 Instructivo de operación de la balanza de humedad
- I-LBA-19 Instructivo de ingreso, validación e impresión de resultados
- I-LBA-20 Instructivo para el manejo de muestras y contramuestras
- I-LBA-21 Instructivo para el envasado de reactivos
- I-LBA-22 Instructivo de operación del termo-reactor digital para DQO
- I-LBA-pp Instructivo para diligenciar el rótulo de recipientes de muestra
- I-LBA-pp Instructivo de operación del HQd metro portable

4.2.3 Formatos

- F-LBA-01 Acta de toma de muestras
- F-LBA-02 Control de uso de reactivos
- F-LBA-04 Control de agua destilada
- F-LBA-12 Control de entrega de materiales a cliente
- F-LBA-13 Inventario mensual de reactivos
- F-LBA-22 Control de limpieza y desinfección de equipos
- F-LBA-32 Cotizaciones
- F-LBA-33 Control existencia de insumos del laboratorio
- F-LBA-35 Registro de condiciones ambientales del laboratorio
- F-LBA-38 Registro de muestras y contramuestras
- F-LBA-39 Registro para evaluación técnica al personal del laboratorio
- F-LBA-41 Formato entrega de resultados
- F-LBA-43 Control de entrega de resultados urgentes
- F-LBA-44 Registro de muestras descartadas por no cumplir con las especificaciones de toma, transportes o recepción de muestras
- F-LBA-45 Registro de aguas residuales
- F-LBA-50 Registro de análisis de agua para consumo humano
- F-LBA-51 Registro de novedades
- F-LBA-52 Contrato de prestación de servicios
- F-LBA-54 Inspección de reactivos entregados

- F-LBA-55 Listado de análisis ofrecidos
- F-LBA-60 Remisión de muestras
- F-LBA-62 Control de equipos
- F-LBA-pp Inventario material de laboratorio
- F-LBA-pp Material descartado por daño o avería
- F-LBA-pp Recipientes y preservación de muestras según análisis
- F-LBA-pp Cadena de custodia. Recepción y posesión de muestras
- F-LBA-pp Rotulo de recipientes de muestras
- F-LBA-pp Cadena de custodia. Recepción, análisis y resultados
- F-LBA-pp Control de temperatura de neveras
- F-LBA-pp Formato de clasificación de residuos peligrosos
- F-LBA-pp Control y seguimiento de residuos peligrosos
- F-LBA-pp Registro de capacitación del personal
- F-LBA-pp Informe de resultados
- F-LBA-pp Informe de validación
- F-LBA-pp Lista de verificación basada en la NTC-ISO/IEC 17025

4.2.4 Manuales

- M-LBA-06 Manual de seguridad química
- M-LBA-pp Manual de gestión integral de residuos peligrosos
- M-LBA-pp Manual de Calidad

Como se puede observar, el código de algunos procedimientos, instructivos, formatos y manuales se encuentra con las letras “pp”, esto quiere decir que la asignación de su número consecutivo está pendiente porque el LBA actualmente está realizando el proceso de implementación del sistema de gestión de calidad bajo la NTC-ISO/IEC 17025 en el área microbiológica de análisis de muestras de agua y se deben incluir en el listado los documentos que surjan de dicha implementación.

4.2.5 Documentos transversales

Dentro del Plan de Acción (Ver ANEXO B) se designaron responsables para llevar a cabo cada actividad según la competencia técnica de las áreas de trabajo de la empresa Laboratorios del Valle, por ello fue necesario el compromiso del personal de la empresa con la implementación del Sistema de Gestión de Calidad bajo la NTC-ISO/IEC 17025. Esto se evidenció en la creación y modificación de documentos que complementan el trabajo realizado en esta práctica. Algunos de los documentos creados o modificados por las diferentes áreas de trabajo de Laboratorios del Valle son:

- PT-PM-02 Código de ética y confidencialidad
- PT-PM-10 Confidencialidad de la información

- PT-PM-08 Registro de confidencialidad de la información
- F-PM-06 Registro de acciones correctivas y preventivas
- F-PM-08 Registro del código de ética
- F-PM-36 Matriz de producto no conforme
- P-PM-01 Procedimiento de control de documentos
- P-PM-02 Procedimiento de mejoramiento continuo
- P-PM-05 Procedimiento de auditorías internas
- P-PM-06 Procedimiento de producto no conforme
- P-GAF-03 Procedimiento de compras
- F-CO-18 Trazabilidad en la gestión de ventas
- P-CO-01 Procedimiento de adquisición de insumos y reactivos
- P-SC-01 Procedimiento de atención de quejas y reclamos
- FT-PG-01 Proceso planificación gerencial
- F-RH-05 Perfil de cargos
- F-MT-01 Cronograma de mantenimiento y calibración de equipos

4.2.6 Estructura del Manual de Calidad

A continuación se presenta la estructura del Manual de Calidad creado para el LBA según la NTC-ISO/IEC 17025, con la cual se cumple el segundo objetivo específico de la presente práctica:

Título: Manual de Calidad. Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies-LABORATORIOS DEL VALLE. NTC-ISO/IEC 17025

Introducción

- 1 OBJETIVO Y ALCANCE
 - 1.1 Objetivos
 - 1.1.1 Objetivo general
 - 1.1.2 Objetivos específicos
 - 1.2 Alcance
- 2 TÉRMINOS Y DEFINICIONES
- 3 REFERENCIAS NORMATIVAS
- 4 REQUISITOS RELATIVOS A LA GESTIÓN

4.1 Organización

- 4.1.1 Responsabilidad legal del Laboratorio
- 4.1.2 Responsabilidad de cumplimiento con la norma, el cliente y autoridades
- 4.1.3 Cobertura del Sistema de Gestión
- 4.1.4 Responsabilidades del personal clave externo del proceso del LBA
- 4.1.5 Responsabilidad organizacional con el cliente
- 4.1.6 Comunicación institucional

- 4.2 Sistema de Gestión
 - 4.2.1 Alcance del Sistema de Gestión
 - 4.2.2 Políticas del Sistema de Gestión
 - 4.2.3 Compromiso de la alta dirección con el Sistema de Gestión
 - 4.2.4 Diseminación de la importancia de satisfacer requisitos
 - 4.2.5 Estructura de la documentación
 - 4.2.6 Responsabilidades de la dirección técnica y la de calidad
 - 4.2.7 Integridad del Sistema de Gestión
- 4.3 Control de documentos
 - 4.3.1 Procedimiento de control de documentos
 - 4.3.2 Emisión y aprobación de los documentos
 - 4.3.2.1 Autoridades para emisión de documentos
 - 4.3.2.2 Disponibilidad de documentos
 - 4.3.2.3 Identificación de documentos
 - 4.3.3 Cambios en documentos
 - 4.3.3.1 Realización, revisión y aprobación de cambios en documentos
 - 4.3.3.2 Identificación de los cambios realizados en documentos
 - 4.3.3.3 Modificaciones a mano de los documentos
 - 4.3.3.4 Cambios en documentos electrónicos
- 4.4 Pedidos, ofertas y contratos
 - 4.4.1 Procedimiento de revisión de pedidos, ofertas y contratos
 - 4.4.2 Revisión del contrato
 - 4.4.3 Revisión en trabajos subcontratados
 - 4.4.4 Información al cliente sobre desviaciones al contrato
 - 4.4.5 Modificaciones al contrato
- 4.5 Subcontratación de ensayos
 - 4.5.1 Selección de subcontratistas
 - 4.5.2 Notificación al cliente sobre la subcontratación
 - 4.5.3 Responsabilidad del trabajo subcontratado
 - 4.5.4 Registro de subcontratistas
- 4.6 Adquisición de servicios y suministros
 - 4.6.1 Política y procedimiento de selección y compra de servicios y suministros clave
 - 4.6.2 Inspección de suministros, reactivos y consumibles
 - 4.6.3 Documentos de compra
 - 4.6.4 Evaluación de proveedores
- 4.7 Atención al cliente

- 4.7.1 Cooperación con el cliente
- 4.7.2 Retroalimentación del cliente
- 4.8 Política y procedimiento de atención de quejas
- 4.9 Control de producto no conforme
 - 4.9.1 Política y procedimiento de control de producto no conforme
 - 4.9.2 Recurrencia de trabajo no conforme
- 4.10 Mejora continua
- 4.11 Acciones correctivas
 - 4.11.1 Política y procedimiento de acciones correctivas
 - 4.11.2 Investigación de causas
 - 4.11.3 Búsqueda e implementación de acciones correctivas
 - 4.11.4 Seguimiento a las acciones correctivas implantadas
 - 4.11.5 Auditorías adicionales de seguimiento
- 4.12 Acciones preventivas
 - 4.12.1 Identificación de fuentes potenciales de no conformidades
 - 4.12.2 Controles para asegurar la eficacia de acciones preventivas
- 4.13 Control de registros generados
 - 4.13.1 Consideraciones generales
 - 4.13.1.1 Procedimiento de control de registros
 - 4.13.1.2 Conservación de los registros
 - 4.13.1.3 Confidencialidad de los registros
 - 4.13.1.4 Protección de los registros almacenados electrónicamente
 - 4.13.2 Consideraciones para registros técnicos
 - 4.13.2.1 Conservación de los registros técnicos
 - 4.13.2.2 Registro de observaciones, datos y cálculos
 - 4.13.2.3 Manejo de errores en los registros técnicos
- 4.14 Auditorías internas
 - 4.14.1 Procedimiento de auditorías internas
 - 4.14.2 Hallazgos de auditoría críticos
 - 4.14.3 Registros de auditorías internas
 - 4.14.4 Auditoría de seguimiento
- 4.15 Revisiones realizadas por la dirección
 - 4.15.1 Procedimiento de revisiones por la dirección
 - 4.15.2 Registros de hallazgos de la revisión por la dirección
- 5. REQUISITOS TÉCNICOS
 - 5.1 Generalidades
 - 5.1.1 Factores de influencia en la exactitud y confiabilidad del servicio
 - 5.1.2 Grado de influencia de los factores

- 5.2 Personal
 - 5.2.1 Aseguramiento de la competencia del personal
 - 5.2.2 Formación del personal
 - 5.2.3 Disposición del personal
 - 5.2.4 Perfiles de los puestos de trabajo
 - 5.2.5 Autorizaciones de la gerencia
- 5.3 Instalaciones y condiciones ambientales
 - 5.3.1 Influencia de las instalaciones y condiciones ambientales
 - 5.3.2 Seguimiento, control y registro de condiciones ambientales
 - 5.3.3 Contaminación cruzada
 - 5.3.4 Control de acceso
 - 5.3.5 Orden y limpieza del laboratorio
- 5.4 Métodos y procedimiento de servicio
 - 5.4.1 Uso de métodos y procedimiento apropiados
 - 5.4.2 Selección de métodos apropiados
 - 5.4.3 Métodos desarrollados y usados por el laboratorio
 - 5.4.4 Métodos no normalizados usados por el laboratorio
 - 5.4.5 Validación de métodos usados por el laboratorio
 - 5.4.5.1 Validación de métodos analíticos
 - 5.4.5.2 Técnicas de validación de métodos
 - 5.4.5.3 Uso de métodos validados
 - 5.4.6 Estimación de incertidumbres
 - 5.4.7 Control de datos
 - 5.4.7.1 Cálculos y transferencia de datos
 - 5.4.7.2 Aseguramiento de los datos electrónicos
- 5.5 Equipos de laboratorio
 - 5.5.1 Provisión de equipo en el laboratorio
 - 5.5.2 Exactitud requerida en los equipos del laboratorio
 - 5.5.3 Autorización de manejo de equipos del laboratorio
 - 5.5.4 Identificación de equipos del laboratorio
 - 5.5.5 Registros de los equipos del laboratorio
 - 5.5.6 Procedimiento de aseguramiento de la integridad de los equipos del laboratorio
 - 5.5.7 Equipos del laboratorio fuera de especificación o dañados
 - 5.5.8 Identificación del estado de calibración de los equipos del laboratorio
 - 5.5.9 Regreso al servicio de equipos fuera de control directo del laboratorio

- 5.5.10 Procedimiento de verificaciones intermedias de equipos del laboratorio
- 5.5.11 Actualización de factores de corrección
- 5.5.12 Protección de equipo de laboratorio contra ajustes no deseados
- 5.6 Trazabilidad de las mediciones realizadas
 - 5.6.1 Procedimiento y programa de calibración de equipos del laboratorio
 - 5.6.2 Requisitos de trazabilidad
 - 5.6.3 Patrones y materiales de referencia
- 5.7 Requisitos del muestreo
 - 5.7.1 Plan y procedimiento de muestreo
 - 5.7.2 Desviaciones, adiciones o exclusiones al procedimiento de muestreo
 - 5.7.3 Procedimiento de registro de datos y operaciones de muestreo
- 5.8 Aseguramiento de la integridad de los ítems de ensayo
 - 5.8.1 Procedimiento de manejo de los ítems en el laboratorio
 - 5.8.2 Identificación de los ítems de ensayo durante su permanencia en el laboratorio
 - 5.8.3 Anomalías en la recepción de los ítems de ensayo
- 5.9 Aseguramiento de la calidad de los resultados generados por el laboratorio
 - 5.9.1 Control y aseguramiento de la calidad
 - 5.9.2 Análisis de los datos de control de calidad
- 5.10 Informe de los resultados generados por el laboratorio
 - 5.10.1 Expresión de los resultados
 - 5.10.2 Requisitos para los informes de resultados generados por el laboratorio
 - 5.10.3 Presentación de los informes de resultados
 - 5.10.4 Modificaciones a los informes de resultados

4.3 IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN BASADO EN LA NTC-ISO/IEC 17025

Cabe resaltar que al iniciar esta práctica, la empresa Laboratorios del Valle se encontraba ubicada en una planta física antigua que no era adecuada para garantizar la seguridad de los trabajadores y la correcta manipulación de los materiales de ensayo, por lo que la Alta Gerencia estructuró un proyecto para la construcción de un nuevo edificio en el que se cumplieran las normas de

seguridad de un laboratorio, para apoyar dicho proyecto se realizó una reunión entre el arquitecto encargado del diseño del nuevo laboratorio y el personal del LBA (analista fisicoquímico y pasantes) en la cual se comunicaron las necesidades que por experiencia surgieron al trabajar en instalaciones con fallencias físicas.

El proyecto de construcción del nuevo edificio se puso en marcha mientras se realizaba el proceso de documentación en las instalaciones antiguas, la validación de los métodos analíticos se realizó en la nueva instalación de Laboratorios del Valle.

La documentación como base de un Sistema de Gestión de Calidad se complementa con las acciones que llevan al cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025, por lo tanto dentro del LBA se llevaron a cabo las siguientes actividades:

- Se realizó un inventario de los materiales del LBA discriminando el tipo, la capacidad, la clase, el estado y la marca comercial. Se realizó su almacenamiento en estantes metálicos divididos según el tipo de material y la frecuencia de uso. También se descartaron aquellos materiales de vidrio que se encontraban quebrados, sentidos o con algún tipo de avería.
- Se realizó un inventario de reactivos en el cual se clasificaron según la peligrosidad, la casa comercial, la cantidad, la fecha de vencimiento y el estado. Se ordenaron en estantes metálicos divididos por colores según el tipo de peligrosidad del reactivo, para su almacenamiento se tuvo en cuenta las incompatibilidades entre reactivos. Cada reactivo fue etiquetado con un número correspondiente a su posición en el documento “F-LBA-12 Inventario mensual de reactivos” para facilitar su disposición.
- Se realizó un inventario de los equipos del LBA y se enviaron a calibración los equipos utilizados para la validación de métodos analíticos.
- Se realizó la clasificación de los documentos tanto en medio impreso como en medio electrónico y se organizaron en carpetas para facilitar su disposición.
- Se aplicó la misma lista de verificación utilizada para el diagnóstico y se obtuvo los resultados que se muestran en el ANEXO C, el análisis es el siguiente:

El puntaje de cada respuesta se encuentra en el Cuadro 2 Tabulación de la lista de verificación, según el cual y teniendo en cuenta que el total de preguntas de la lista de verificación es 254, el mayor puntaje posible es de 1270 puntos; sin embargo existen 26 preguntas que no son de aplicabilidad en el LBA, por lo tanto, para ésta evaluación, el total de preguntas es de 228, con un puntaje máximo posible de 1140 puntos, que ha sido tomado como resultado de todas las condiciones favorables y viables en el Laboratorio. De las 228 preguntas 106 (530

puntos posibles) corresponden a los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025 y 122 (610 puntos posibles) a los requisitos técnicos.

A continuación se presenta la matriz de los resultados de la evaluación final respecto a los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025:

Tabla 6 Matriz de la evaluación final de los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025

Requisitos de gestión \ Respuestas	Si		No		Puntos (0)		Puntos (5)		Puntos (3)		Puntos (1,5)		Puntos (0)		Puntaje Total/ Máximo
	Si	Puntos (5)	No	Puntos (0)	DI	Puntos (5)	DNI	Puntos (3)	NDA	Puntos (1,5)	NDNA	Puntos (0)	NA		
Organización	4	20	0	0	5	25	0	0	0	0	0	0	4	45/45	
Sistema de Gestión	6	30	0	0	2	10	0	0	0	0	0	0	0	40/40	
Control de documentos	5	25	0	0	7	35	0	0	0	0	0	0	0	60/60	
Revisión de solicitudes, ofertas y contratos	3	15	0	0	5	25	0	0	0	0	0	0	0	40/40	
Subcontratación	2	10	0	0	4	20	0	0	0	0	0	0	0	30/30	
Compra de servicios y suministros	0	0	0	0	3	15	1	3	0	0	0	0	0	18/20	
Servicio al cliente	0	0	0	0	1	5	1	3	0	0	0	0	0	8/10	
Quejas	2	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	10/10	
Control de ensayos no conformes	0	0	0	0	5	25	0	0	0	0	0	0	0	25/25	
Mejora	1	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	5/5	
Acciones correctivas	0	0	0	0	4	20	0	0	0	0	0	0	0	20/20	
Acciones preventivas	2	10	0	0	1	5	0	0	0	0	0	0	0	15/15	
Control de Registros	9	45	0	0	6	30	2	6	0	0	0	0	0	81/85	
Auditorías Internas	2	10	0	0	0	0	4	1 2	0	0	0	0	1	22/30	
Revisión por parte de la Dirección	1 3	65	1	0	1	5	4	1 2	0	0	0	0	0	82/95	
Total														501/530	

El LBA, en el diagnóstico realizado antes de la implementación del Sistema de Gestión de Calidad basado en la NTC_ISO/IEC 170125, presentaba un porcentaje de cumplimiento de 18,13% de los requisitos de gestión, con la evaluación final se encontró un porcentaje de cumplimiento del 94,52%, por lo tanto se infiere una implementación satisfactoria de los requisitos de gestión de la NTC-ISO/IEC 17025.

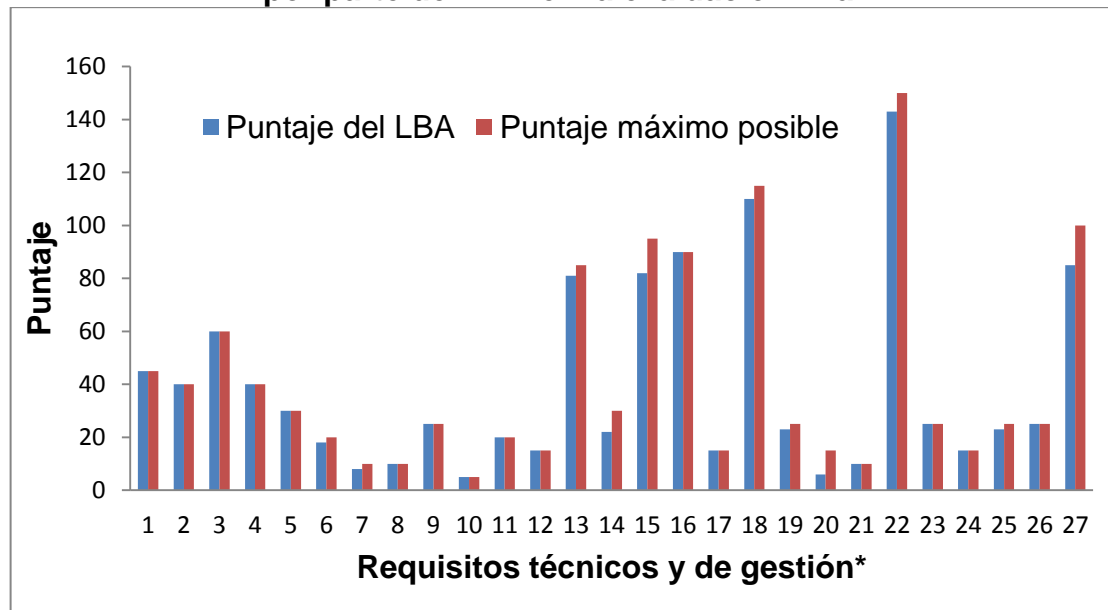
En la Tabla 7 se presenta la matriz con los resultados de la evaluación final respecto a los requisitos técnicos de la NTC-ISO/IEC 17025. Se observa total de puntos obtenidos de 570 sobre 610 puntos posibles, es decir, un 93,44% de cumplimiento de los requisitos técnicos de la NTC-ISO/IEC 17025, los cuales presentaban un porcentaje de 10,49% en el diagnóstico inicial.

Tabla 7 Matriz de la evaluación final para los requisitos técnicos de la NTC-ISO/IEC 17025

Respuestas Requisitos Técnicos	Puntos (5)		Puntos (0)		Puntos (5)		Puntos (3)		Puntos (1,5)		Puntos (0)		Puntaje Total/ Máximo	
	Si	No	DI	DNI	NDA	NDNA	NA							
Personal	9	45	0	0	9	45	0	0	0	0	0	0	1	90/90
Instalaciones y Condiciones Ambientales	0	0	0	0	3	15	0	0	0	0	0	0	4	15/15
Métodos de ensayo	1 8	90	1	0	4	20	0	0	0	0	0	0	1	110/115
Validación	2	10	0	0	2	10	1	3	0	0	0	0	0	23/25
Estimación de la incertidumbre	0	0	1	0	0	0	2	6	0	0	0	0	1	6/15
Control de datos	0	0	0	0	2	10	0	0	0	0	0	0	0	10/10
Equipos	1 2	60	1	0	1 6	80	1	3	0	0	0	0	2	143/150
Trazabilidad de las medidas	1	5	0	0	4	20	0	0	0	0	0	0	0	25/25
Manipulación de objetos de ensayo	0	0	0	0	3	15	0	0	0	0	0	0	0	15/15
Aseguramiento de la calidad de los resultados	2	10	0	0	2	10	1	3	0	0	0	0	0	23/25
Control de la calidad	4	20	0	0	1	5	0	0	0	0	0	0	0	25/25
Informes de resultados	1 2	60	3	0	5	25	0	0	0	0	0	0	12	85/100
Total													570/610	

La suma de los puntajes totales de las tablas 66 y 67 da como resultado 1071 puntos de un total de 1140 puntos posibles. Este puntaje representa un porcentaje de 93,95% de cumplimiento de los requisitos que exige la NTC- ISO/IEC 17025. La siguiente gráfica representa el puntaje de cumplimiento de cada requisito en relación al puntaje máximo posible de la lista de verificación:

Gráfica 3 Nivel de cumplimiento de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 por parte del LBA en la evaluación final



*Requisitos técnicos y de gestión:

- | | |
|---|---|
| 1. Organización | 15. Revisión por parte de la Dirección |
| 2. Sistema de gestión | 16. Personal |
| 3. Control de documentos | 17. Instalaciones y Condiciones Ambientales |
| 4. Revisión de solicitudes, ofertas y contratos | 18. Métodos de ensayo |
| 5. Subcontratación | 19. Validación |
| 6. Compra de servicios y suministros | 20. Estimación de la incertidumbre |
| 7. Servicio al cliente | 21. Control de datos |
| 8. Quejas | 22. Equipos |
| 9. Control de ensayos no conformes | 23. Trazabilidad de las medidas |
| 10. Mejora | 24. Manipulación de objetos de ensayo |
| 11. Acciones correctivas | 25. Aseguramiento de la calidad de los resultados |
| 12. Acciones preventivas | 26. Control de la calidad |
| 13. Control de Registros | 27. Informes de resultados |
| 14. Auditorías Internas | |

En la anterior gráfica se presenta un histograma de comparación entre el puntaje que aporta el cumplimiento total de cada requisito de la NTC-ISO/IEC 17025 (barras rojas) y el puntaje obtenido por el LBA (barras azules), las cuales, en la mayoría de los requisitos alcanzan la altura de las barras de color rojo indicando un cumplimiento satisfactorio de los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 por parte del Laboratorio. En el diagnóstico los requisitos identificados con los números 2, 4, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 14, 15, 18, 19, 20, 23, 25, 26 y 27 presentaban una altura nula con respecto a las barras rojas, en la evaluación final se encontró que dichos

numerales alcanzan hasta un 100% de cumplimiento de estos requisitos En la gráfica del diagnóstico se observaba que ninguna de las barras azules alcanzaba la mitad de la altura de su correspondiente barra roja, en la evaluación final se tiene que solamente una de las barras azules está por debajo de la mitad de su correspondiente barra roja y pertenece al requisito número 20: Estimación de la incertidumbre, ya que en la presente práctica no se abordó este numeral por falta de tiempo para realizar el estudio juicioso que requiere su aplicación en el Laboratorio.

Con la anterior información se concluye una satisfactoria implementación del sistema de gestión basado en los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 en el LBA de Laboratorios del Valle cumpliendo el objetivo general de la presente práctica.

4.4 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS

La validación de los métodos: potenciométrico, nefelométrico y de incubación/electrométrico se realizó con patrones de referencia certificados, el LBA no contaba con éstos patrones para la validación del método volumétrico por lo tanto su validación se realizó por el método de adición estándar.

El LBA recibe, por parte de sus clientes, muestras y contramuestras del agua que se desee analizar, para la validación de los métodos analíticos objetivo de la presente práctica, se utilizaron las contramuestras, éstas fueron escogidas teniendo en cuenta: el tipo de agua, la cantidad disponible (por lo menos 1 L) y el tiempo transcurrido desde el muestreo (máximo 24 horas para los análisis de pH y turbidez). Según lo anterior, a continuación se presenta la procedencia de cada tipo de agua utilizada en esta práctica para la validación de los métodos analíticos:

- *Agua residual industrial:* proviene del tratamiento que se realiza a resinas en una industria de artesanías elaboradas en madera con barniz, por lo tanto es un agua residual industrial.
- *Agua residual doméstica:* proviene de un estanque de aguas negras, es decir, aguas que pueden estar contaminadas con heces u orina.
- *Agua cruda:* proviene de un riachuelo ubicado en la parte rural del departamento de Nariño.
- *Agua potable:* proviene de uno de los tanques de almacenamiento de una planta de tratamiento de agua.
- *Agua potable envasada:* Corresponde a botellas de agua comercial.

4.4.1 Validación del método potenciométrico SM 4500 H⁺-B para la determinación de pH

4.4.1.1 Exactitud

- Precisión

- Repetitividad

Repetitividad del instrumento: A continuación se presentan los datos promedio de cada medición realizada por triplicado en la evaluación de la repetitividad del pH-metro HANNA HI 2212 sobre las soluciones buffer de 4,01, 7,00 y 10,01 (UpH) a 24°C:

Tabla 8 Datos de repetitividad del pH-metro HANNA HI 2212

	pH de las soluciones buffer (UpH)		
	4,01	7,00	10,01
pH_{B1}	4,01	7,02	10,02
pH_{B2}	4,02	7,00	10,05
pH_{B3}	4,00	6,99	10,04
pH_{B4}	3,99	7,01	10,04
pH_{B5}	4,01	7,02	10,05
pH_{B6}	4,01	7,01	10,03
pH_{B7}	4,02	7,00	10,05
pH_{B8}	4,01	7,00	10,04
pH_{B9}	4,00	7,02	10,03
pH_{B10}	3,99	7,02	10,03
\bar{X}	4,01	7,01	10,04
Me	4,01	7,01	10,04
S	0,01	0,01	0,01
%CV	0,27	0,16	0,10

En la anterior tabla se presentan los datos estadísticos para cada solución buffer analizada. Existe homogeneidad entre cada conjunto de datos ya que el valor de la desviación estándar (S) es cercano a cero en los tres casos. Los valores del coeficiente de variación (%CV) obtenidos para cada solución buffer son menores al 1% por lo tanto se puede afirmar que el pH-metro HANA IH 2212 arroja resultados precisos en términos de repetitividad.

Se realizó un análisis de datos continuos en el programa Statgraphics para identificar los valores atípicos con la prueba de Grubbs, también se aplicó la

prueba de Shapiro-Wilk para determinar si los anteriores conjuntos de datos provienen de una distribución normal. A continuación se presentan los valores-P de las dos pruebas aplicadas:

Tabla 9 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del pH-metro

	Solución buffer (UpH)		
	4,01	7,00	10,01
Valor-P Grubbs	1,00	0,63	0,60
Valor-P Shapiro-Wilk	0,18	0,07	0,19

Puesto que los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de pH obtenidos para las tres soluciones buffer son mayores que 0,05 no existen valores aberrantes en estos conjuntos de datos con un nivel de confianza del 95,0%. Los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

Repetitividad del método: A continuación se presentan los datos promedio de cada medición de pH realizada por triplicado en la evaluación de la repetitividad del método potenciométrico sobre las muestras de cada tipo de agua analizado:

Tabla 10 Datos de repetitividad del método potenciométrico

	Agua residual	Agua cruda	Agua potable	Agua potable envasada
pH_{M1}	6,61	7,12	7,23	8,52
pH_{M2}	6,59	7,11	7,24	8,55
pH_{M3}	6,58	7,11	7,25	8,54
pH_{M4}	6,57	7,09	7,20	8,54
pH_{M5}	6,61	7,08	7,22	8,55
pH_{M6}	6,57	7,10	7,25	8,53
pH_{M7}	6,60	7,09	7,22	8,55
pH_{M8}	6,57	7,11	7,24	8,54
pH_{M9}	6,60	7,10	7,20	8,53
pH_{M10}	6,62	7,09	7,19	8,53
\bar{X}	6,59	7,10	7,22	8,54
Me	6,60	7,10	7,23	8,54
S	0,02	0,01	0,02	0,01
%CV	0,28	0,18	0,00	0,12

En la tabla 10 se observa que la muestra de agua residual analizada presentó un pH ligeramente ácido, esto puede ser causado por la presencia de iones metálicos disueltos en ella, ya que al ser un agua residual industrial contiene los metales que resultan de las actividades de tratamiento con las resinas. La muestra de agua cruda analizada tiene pH neutro por lo tanto no presenta excesos en la concentración de metales o materia orgánica disueltos. La muestra de agua potable analizada tiene pH neutro y se encuentra dentro del rango de 6,5 a 9 (UpH) y se considera adecuada para el consumo humano. La muestra de agua potable envasada presenta un valor de pH de 8,54, igualmente se encuentra dentro del rango establecido para consumo humano.

Los valores de la desviación estándar (S) en los cuatro tipos de agua analizados son cercanos a cero por lo tanto existe homogeneidad entre cada conjunto de datos. Los valores del %CV son menores a 3,7% confirmando la precisión del método potenciométrico en términos de repetitividad.

Se aplicó la prueba de Grubbs para identificación de datos atípicos y la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk sobre los valores de la Tabla 8, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 11 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del método potenciométrico

Prueba	Agua residual	Agua cruda	Agua potable	Agua potable envasada
Valor-P Grubbs	1,0	0,90	0,99	0,60
Valor-P Shapiro-Wilk	0,23	0,55	0,34	0,20

En la anterior tabla se observa que los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los valores de pH de los cuatro tipos de muestras reales de agua son mayores que 0,05 por lo tanto no existen valores aberrantes en los conjuntos de datos de la Tabla 8 con un nivel de confianza del 95,0%. Igualmente, los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan distribución normal.

- Precisión intermedia

Precisión intermedia instrumental: A continuación se presentan los datos promedio obtenidos por dos analistas en cada medición realizada por triplicado para la evaluación de la precisión intermedia del pH-metro HANNA HI 2212 sobre las soluciones buffer de 4,01, 7,00 y 10,01 (UpH) a 24°C:

Tabla 12 Datos de precisión intermedia del pH-metro HANNA HI 2212

	Buffer 4,01 (UpH)		Buffer 7,00 (UpH)		Buffer 10,01 (UpH)	
	Analista	Analista	Analista	Analista	Analista	Analista
	A	B	A	B	A	B
pH_B1	4,02	3,98	7,01	7,02	10,01	9,99
pH_B2	4,01	4,00	7,00	6,99	10,02	9,96
pH_B3	4,00	3,98	7,02	7,00	10,00	10,00
pH_B4	4,00	4,01	7,01	7,02	10,01	10,01
pH_B5	4,00	4,01	7,00	7,02	10,01	9,99
pH_B6	4,01	4,00	7,02	7,01	10,02	10,02
\bar{X}	4,01	4,00	7,01	7,01	10,01	10,00
Me	4,01	4,00	7,01	7,02	10,01	10,00
S	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02
%CV	0,20	0,34	0,12	0,18	0,08	0,21

En la anterior tabla se observa que los datos de pH obtenidos por dos analistas para las soluciones buffer de 4,01, 7,00 y 10,01 (UpH) presentan un %CV < 2% por lo tanto se considera que el pH-metro HANNA HI 2212 arroja resultados precisos en términos de precisión intermedia. A estos conjuntos de datos se aplicaron las pruebas estadísticas correspondientes para confirmar la característica de precisión, pero antes se evaluó la presencia de valores atípicos con la prueba de Grubbs y la normalidad con la prueba de Shapiro-Wilk, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 13 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia del pH-metro HANNA HI 2212

	Buffer 4,01		Buffer 7,00		Buffer 10,01	
	Analista	Analista	Analista	Analista	Analista	Analista
	A	B	A	B	A	B
Valor-P Grubbs	0,34	1,00	1,00	0,42	0,48	0,25
Valor-P Shapiro-Wilk	0,08	0,09	0,15	0,10	0,21	0,72

Puesto que los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de pH obtenidos por dos analistas para las tres soluciones buffer son mayores que 0,05 no existen valores atípicos en estos conjuntos de datos con un nivel de confianza del 95,0%. Los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores o iguales que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

Se realizó el análisis de varianza de comparación de dos muestras de datos y se obtuvo los resultados de la Tabla 10, dentro de los cuales se encuentran los valores-P para las pruebas t, F, W y K-S.

Tabla 14 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del pH-metro HANNA HI 2212

	Hipótesis nula	Valor-P		
		Buffer 4,01	Buffer 7,00	Buffer 10,01
Prueba t	$\bar{X}_1 = \bar{X}_2$	0,15	1,00	0,09
Prueba F	$S_1 = S_2$	0,28	0,40	0,05
Prueba W	$Me_1 = Me_2$	0,27	0,93	0,12
Prueba K-S	$N_1 = N_2$	0,14	0,45	0,14

En la anterior tabla se presentan las hipótesis nulas para cada una de las pruebas estadísticas aplicadas a los conjuntos de datos obtenidos por dos analistas sobre las soluciones buffer de 4,01, 7,00 y 10,00 (UpH).

En la tabla 14, también se observa que los valores-P de las pruebas: t para comparación de medias \bar{X} , F para comparación de desviaciones estándar (S), W para comparación de medianas (Me) y K-S para comparación de las distribuciones (N) de los dos conjuntos de datos, son mayores a 0,05 en los tres casos analizados, por lo tanto no existen diferencias significativas entre los parámetros comparados con un nivel de confianza del 95%, aceptando las hipótesis nulas planteadas.

Precisión intermedia del método: A continuación se presentan los datos promedio obtenidos por dos analistas en cada medición realizada por triplicado para la evaluación de la precisión intermedia del método potenciométrico sobre los diferentes tipos de agua analizados a 24°C:

Tabla 15 Datos de precisión intermedia del método potenciométrico

	Agua residual		Agua cruda		Agua potable		Agua potable envasada	
	A	B	A	B	A	B	A	B
pH_{M1}	6,62	6,57	7,12	7,10	7,21	7,19	8,54	8,57
pH_{M2}	6,60	6,55	7,10	7,13	7,20	7,20	8,50	8,52
pH_{M3}	6,57	6,58	7,12	7,09	7,21	7,20	8,57	8,54
pH_{M4}	6,62	6,60	7,10	7,13	7,22	7,22	8,59	8,54
pH_{M5}	6,60	6,63	7,09	7,12	7,22	7,22	8,60	8,59
pH_{M6}	6,57	6,64	7,12	7,13	7,21	7,23	8,56	8,57
\bar{X}	6,60	6,60	7,11	7,12	7,21	7,21	8,56	8,56
Me	6,60	6,59	7,11	7,13	7,21	7,21	8,57	8,56
S	0,02	0,04	0,01	0,02	0,01	0,02	0,04	0,03
%CV	0,34	0,53	0,19	0,25	0,10	0,21	0,42	0,30

En la anterior tabla se observa que los datos de pH obtenidos por dos analistas para cuatro tipos de agua presentan un %CV < 2% por lo tanto se considera que con el método potenciométrico se obtienen resultados precisos en términos de precisión intermedia. A estos conjuntos de datos se aplicaron las pruebas estadísticas correspondientes, para confirmar la característica de precisión (Tabla 15), pero antes se evaluó la presencia de valores atípicos con la prueba de Grubbs y la normalidad con la prueba de Shapiro-Wilk, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 16 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia del método potenciométrico

	Agua residual		Agua cruda		Agua potable		Agua potable envasada	
	A	B	A	B	A	B	A	B
Valor-P Grubbs	1,00	1,00	0,84	0,53	0,48	1,00	0,31	0,91
Valor-P Shapiro-Wilk	0,12	0,76	0,06	0,05	0,21	0,44	0,76	0,66

Puesto que los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de pH obtenidos por dos analistas para cuatro tipos de agua son mayores que 0,05 no existen valores atípicos en estos conjuntos de datos con un nivel de confianza del 95,0%. Los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores o iguales que

0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

Se realizó el análisis de varianza de comparación de dos muestras de datos y se obtuvo los resultados de la Tabla 15, dentro de los cuales se encuentran los valores-P para las pruebas t, F, W y K-S y sus correspondientes hipótesis nulas:

Tabla 17 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del método potenciométrico

	Hipótesis nula	Valor-P			
		Agua residual	Agua cruda	Agua potable	Agua potable envasada
Prueba t	$\bar{X}_1 = \bar{X}_2$	0,92	0,38	0,82	0,79
Prueba F	$S_1 = S_2$	0,35	0,56	0,14	0,47
Prueba W	$Me_1 = Me_2$	0,94	0,28	0,93	0,74
Prueba K-S	$N_1 = N_2$	0,89	0,14	0,45	0,89

En la anterior tabla se observa que los valores-P de las pruebas: t para comparación de medias \bar{X} , F para comparación de desviaciones estándar (S), W para comparación de medianas (Me) y K-S para comparación de las distribuciones (N) de los dos conjuntos de datos, son mayores a 0,05 en los cuatro casos analizados, por lo tanto no existen diferencias significativas entre los parámetros comparados con un nivel de confianza del 95%, aceptando las hipótesis nulas planteadas y confirmando la precisión intermedia del instrumento y del método.

- **Veracidad**

Para este análisis se midió el pH de la solución buffer de 7,00 por ser el valor alrededor del cual se encuentran las muestras de agua analizadas. A continuación se presentan los resultados promedio que se obtuvo con el triplicado de cada medición realizada con el pH-metro HANNA HI 2212 a 24 °C, temperatura controlada por el aire acondicionado del laboratorio:

Tabla 18 Datos de pH de la solución buffer de 7,00

	Valor de pH (UpH)
pH_{v1}	7,01
pH_{v2}	7,00
pH_{v3}	7,00
pH_{v4}	7,00
pH_{v5}	7,02
pH_{v6}	7,01
pH_{v7}	7,00
pH_{v8}	7,00
pH_{v9}	6,99
pH_{v10}	7,02
\bar{X}	7,01
Me	7,0
S	0,01
%CV	0,14
Grubbs	1,00
Shapiro-Wilk	0,09
Sesgo	0,01
t_{calc}	0,32
t_{tab}	2,26

En la anterior tabla se presentan los resultados de la desviación estándar cuyo valor es cercano por lo tanto existe homogeneidad entre los datos obtenidos, también se presentan los valores-P de las pruebas estadísticas de Grubbs para identificar los posibles valores atípicos y la prueba de Shapiro-Wilk para comprobar que los datos provienen de una distribución normal, los cuales son menores a 0,05 por lo tanto no hay evidencia de valores aberrantes en el conjunto de datos analizado que presenta una distribución normal, el valor del sesgo se obtuvo aplicando la Ecuación 11, se aplicó la prueba t de student, para la cual se obtuvo el valor de $t_{\text{calculado}}$ con la Ecuación 12 y el valor de t_{tabulado} corresponde a un nivel de confianza del 95% y n-1 grados de libertad, se cumple que $t_{\text{calc}} < t_{\text{tab}}$ por lo tanto no existe diferencia estadísticamente significativa entre el valor teórico de la solución buffer y el valor promedio obtenido con el pH-metro HANNA HI 2212, se comprueba que el método potenciométrico presenta la característica de veracidad con un nivel de confianza del 95%.

El método potenciométrico SM 4500 H⁺-B para la determinación de pH en muestras de agua residual, cruda, potable y potable envasada es exacto ya que cumple con los criterios de aceptabilidad de precisión y veracidad.

4.4.1.2 Intervalo de trabajo

De acuerdo al valor de pH de las soluciones buffer utilizadas en la validación, el Intervalo de Trabajo para el método potenciométrico SM 4500 H⁺-B utilizando el pH-metro HANNA HI 2212 en el LBA de Laboratorios del Valle:

Intervalo de trabajo del método potenciométrico = 4,01 -10,01 (UpH)

4.4.2 Validación del método nefelométrico SM 2130-B para la determinación de turbidez

4.4.2.1 Exactitud

- Precisión

- Repetitividad

Repetitividad del instrumento: A continuación se presentan los datos promedio de cada medición realizada por triplicado en la evaluación de la repetitividad del turbidímetro HACH 2100 sobre las soluciones patrón de formacina de 0,1, 10, 20, 100 y 800 (NTU):

Tabla 19 Datos de repetitividad del turbidímetro HACH 2100

	Turbidez de las soluciones patrón de formacina (NTU)				
	0,1	10	20	100	800
T_{P1}	0,09	9,97	20,15	100,95	800,98
T_{P2}	0,08	10,03	20,18	100,79	800,29
T_{P3}	0,11	10,01	20,18	100,25	800,36
T_{P4}	0,10	10,01	20,09	100,12	800,40
T_{P5}	0,10	9,97	20,15	100,63	800,83
T_{P6}	0,09	10,03	20,17	100,90	800,77
T_{P7}	0,10	10,06	20,15	100,31	800,02
T_{P8}	0,09	9,93	20,17	100,19	800,03
T_{P9}	0,09	10,01	20,16	100,10	800,10
T_{P10}	0,11	10,07	20,12	100,25	800,09
\bar{X}	0,10	10,01	20,15	100,45	800,39
Me	0,10	10,01	20,16	100,28	800,33
S	0,01	0,04	0,03	0,33	0,36

En la anterior tabla se presentan los valores de la desviación estándar (S) los cuales son cercanos a cero, por lo tanto existe homogeneidad entre los conjuntos de datos obtenidos para cada solución patrón de formacina analizada.

La prueba de Grubbs para identificación de valores atípicos y la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk sobre los anteriores conjuntos de datos arrojaron los siguientes resultados:

Tabla 20 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del turbidímetro HACH 2100

	Solución patrón de formacina (NTU)				
	0,1	10	20	100	800
Valor-P Grubbs	0,78	0,43	0,09	1,00	0,75
Valor-P Shapiro-Wilk	0,24	0,67	0,07	0,06	0,13

Los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de turbidez de las soluciones patrón de formacina son mayores a 0,05 por lo tanto no existen valores atípicos en estos conjuntos de datos con un nivel de confianza del 95,0%. Los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan distribución normal. En la siguiente tabla se muestran los datos obtenidos para el análisis de Horwitz:

Tabla 21 Análisis de Horwitz para repetitividad de turbidímetro HACH 2100

	Solución patrón de formacina (NTU)				
	0,1	10	20	100	800
%CV	1,00	0,43	0,14	0,33	0,04
%CV_H	8,00	4,00	3,60	2,83	2,07
HorRat	0,13	0,11	0,04	0,12	0,02

El coeficiente de variación de Horwitz se obtuvo con la Ecuación 9 y el parámetro HorRat con la Ecuación 10, el criterio de aceptabilidad se cumple para todas las soluciones patrón de formacina analizadas, siendo los valores del parámetro HorRat < 1,3 por lo tanto, el turbidímetro HACH 2100 arroja resultados precisos en términos de repetitividad.

Repetitividad del método: A continuación se presentan los datos promedio de cada medición realizada por triplicado en la evaluación de la repetitividad del método nefelométrico sobre una muestra de cada tipo de agua:

Tabla 22 Datos de repetitividad del método nefelométrico

	Agua residual	Agua cruda	Agua potable	Agua potable envasada
T_{M1}	6,61	1,68	1,36	1,06
T_{M2}	6,03	1,65	1,37	1,07
T_{M3}	5,85	1,66	1,36	1,00
T_{M4}	6,28	1,64	1,34	1,08
T_{M5}	6,36	1,67	1,34	1,04
T_{M6}	6,08	1,65	1,35	1,13
T_{M7}	6,24	1,67	1,36	1,11
T_{M8}	5,99	1,65	1,35	1,08
T_{M9}	6,18	1,64	1,33	1,06
T_{M10}	6,13	1,65	1,36	1,04
\bar{X}	6,18	1,66	1,35	1,07
Me	6,16	1,65	1,36	1,07
S	0,21	0,01	0,01	0,04
%CV	3,46	0,82	0,91	3,45

En la anterior tabla se observa que los valores de turbidez promedio para cada tipo de agua analizado se encuentran dentro de los límites máximos permitidos por la normatividad nacional vigente correspondiente. Se observa que la turbidez del agua residual es mayor que la turbidez de los otros tipos de agua, esto se debe al material suspendido que presenta ya que fue usada en la limpieza de resinas. El valor de turbidez para agua cruda es bajo por lo tanto se puede decir que la muestra de agua del riachuelo es cristalina y no presenta materia orgánica suspendida, la turbidez del agua potable y del agua potable envasada es menor a 2 NTU.

En la tabla 22 se observa que los valores de la desviación estándar (S) para cada tipo de agua analizado son cercanos a cero, por lo tanto se considera que cada conjunto de datos presenta homogeneidad. Los valores de %CV son menores a 3,7% por lo tanto se confirma la precisión del método nefelométrico en términos de repetitividad.

Se aplicó la prueba de Grubbs para identificación de valores atípicos y la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk sobre los anteriores conjuntos de datos obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 23 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del método nefelométrico

Prueba	Agua residual	Agua cruda	Agua potable	Agua potable envasada
Valor-P Grubbs	0,92	0,53	0,51	0,47
Valor-P Shapiro-Wilk	0,20	0,20	0,38	0,90

En la anterior tabla se observa que los valores-P para la prueba de Grubbs aplicada a los datos de turbidez de los cuatro tipos de muestras reales de agua son mayores que 0,05 por lo tanto no existen valores atípicos en los conjuntos de datos de la Tabla 21 con un nivel de confianza del 95,0%. Igualmente, los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

- Precisión intermedia

Precisión intermedia instrumental: A continuación se presentan los datos promedio obtenidos por dos analistas en cada medición realizada por triplicado para la evaluación de la precisión intermedia del turbidímetro HACH 2100 sobre las soluciones patrón de formacina de 0,1, 20, 100 y 800 (NTU):

Tabla 24 Datos de precisión intermedia del turbidímetro HACH 2100
Solución patrón de formacina (NTU)

	Solución patrón de formacina (NTU)							
	0,1		20		100		800	
	A	B	A	B	A	B	A	B
T_{P1}	0,10	0,11	20,17	20,14	100,32	100,28	800,12	800,13
T_{P2}	0,10	0,09	20,15	20,12	100,37	100,33	800,13	800,13
T_{P3}	0,10	0,10	20,19	20,14	100,32	100,32	800,09	800,13
T_{P4}	0,11	0,10	20,15	20,16	100,36	100,34	800,10	800,10
T_{P5}	0,09	0,11	20,12	20,14	100,34	100,36	800,12	800,14
T_{P6}	0,08	0,10	20,12	20,12	100,29	100,33	800,10	800,12
\bar{X}	0,1	0,1	20,15	20,14	100,33	100,33	800,11	800,13
Me	0,1	0,1	20,15	20,14	100,33	100,33	800,11	800,13
S	0,01	0,01	0,03	0,02	0,03	0,03	0,02	0,01
%CV	10,68	7,40	0,14	0,07	0,03	0,03	0,00	0,00

En la anterior tabla se observa que los datos de turbidez obtenidos por los analistas A y B para las soluciones patrón de formacina de 20, 100 y 800 (NTU)

presentan un %CV < 2% y para la solución patrón de formacina de 0,01 el %CV < 12% por lo tanto se considera que el turbidímetro HACH 2100 arroja resultados precisos en términos de precisión intermedia. A estos conjuntos de datos se aplicaron las pruebas estadísticas correspondientes para confirmar la característica de precisión, pero antes se evaluó la presencia de valores atípicos con la prueba de Grubbs y la normalidad con la prueba de Shapiro-Wilk, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 25 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia del turbidímetro HACH 2100

	Solución patrón de formacina (NTU)							
	0,01		20		100		800	
	A	B	A	B	A	B	A	B
Valor-P Grubbs	0,37	0,48	0,68	0,48	0,63	0,17	1,00	0,11
Valor-P Shapiro-Wilk	0,46	0,21	0,48	0,21	0,81	0,51	0,44	0,17

Los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de turbidez obtenidos por los analistas A y B para las cuatro soluciones patrón de formacina son mayores que 0,05 no existen valores atípicos en estos conjuntos de datos con un nivel de confianza del 95,0%. Los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

Se realizó el análisis de varianza de comparación de dos muestras de datos y se obtuvo los resultados de la Tabla 23, dentro de los cuales se encuentran los valores-P para las pruebas t, F, W y K-S con sus respectivas hipótesis nulas:

Tabla 26 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del turbidímetro HACH 2100

	Hipótesis nula	Valor-P Solución de formacina (NTU)			
		0,01	20	100	800
Prueba t	$\bar{X}_1 = \bar{X}_2$	0,36	0,32	0,69	0,11
Prueba F	$S_1 = S_2$	0,50	0,21	0,83	0,80
Prueba W	$Me_1 = Me_2$	0,44	0,37	0,81	0,10
Prueba K-S	$N_1 = N_2$	0,14	0,45	0,89	0,14

En la anterior tabla se observa que los valores-P de las pruebas: t para comparación de medias \bar{X} , F para comparación de desviaciones estándar (S), W para comparación de medianas (Me) y K-S para comparación de las distribuciones (N) de los dos conjuntos de datos, son mayores a 0,05 en los cuatro casos analizados, por lo tanto no existen diferencias significativas entre los parámetros comparados con un nivel de confianza del 95%, aceptando las hipótesis nulas planteadas y comprobando la precisión intermedia del turbidímetro HACH 2100.

Precisión intermedia del método: A continuación se presentan los datos promedio obtenidos por dos analistas en cada medición realizada por triplicado para la evaluación de la precisión intermedia del método nefelométrico sobre los diferentes tipos de agua analizados:

Tabla 27 Datos de precisión intermedia del método nefelométrico

	Turbidez (NTU)							
	Agua residual		Agua cruda		Agua potable		Agua potable envasada	
	A	B	A	B	A	B	A	B
T_{M1}	6,21	6,16	1,65	1,63	1,32	1,31	1,04	1,06
T_{M2}	6,17	6,16	1,63	1,67	1,29	1,29	1,04	1,02
T_{M3}	6,23	6,24	1,64	1,65	1,34	1,24	1,03	1,05
T_{M4}	6,25	6,23	1,63	1,65	1,35	1,26	1,06	1,05
T_{M5}	6,22	6,18	1,65	1,64	1,28	1,27	1,03	1,02
T_{M6}	6,22	6,22	1,62	1,65	1,29	1,29	1,05	1,03
\bar{X}	6,22	6,20	1,64	1,65	1,31	1,28	1,04	1,04
Me	6,22	6,20	1,64	1,65	1,31	1,28	1,04	1,04
S	0,03	0,04	0,01	0,01	0,03	0,03	0,01	0,02
%CV	0,43	0,58	0,74	0,81	2,23	1,97	1,12	1,66

En la anterior tabla se observa que los datos de turbidez obtenidos por los analistas A y B para cuatro tipos de agua presentan un %CV $\leq 2\%$ por lo tanto se considera que con el método nefelométrico se obtienen resultados precisos en términos de precisión intermedia. A estos conjuntos de datos se aplicaron las pruebas estadísticas correspondientes, para confirmar la característica de precisión (Tabla 28), pero antes se evaluó la presencia de valores atípicos con la prueba de Grubbs y la normalidad con la prueba de Shapiro-Wilk, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 28 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia del método nefelométrico

	Agua residual		Agua cruda		Agua potable		Agua potable envasada	
	A	B	A	B	A	B	A	B
Valor-P Grubbs	0,17	1,00	0,85	0,34	1,00	0,65	0,45	1,00
Valor-P Shapiro-Wilk	0,51	0,18	0,40	0,51	0,30	0,90	0,40	0,21

Puesto que los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de turbidez obtenidos por los analistas A y B para cuatro tipos de agua son mayores que 0,05 no existen valores atípicos en estos conjuntos de datos con un nivel de confianza del 95,0%. Los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores o iguales que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

Se realizó el análisis de varianza de comparación de dos muestras de datos y se obtuvo los resultados de la Tabla 26, dentro de los cuales se encuentran los valores-P para las pruebas t, F, W y K-S y sus correspondientes hipótesis nulas:

Tabla 29 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del método nefelométrico

	Hipótesis nula	Valor-P			
		Agua residual	Agua cruda	Agua potable	Agua envasada
Prueba t	$\bar{X}_1 = \bar{X}_2$	0,34	0,14	0,05	0,70
Prueba F	$S_1 = S_2$	0,52	0,84	0,74	0,42
Prueba W	$Me_1 = Me_2$	0,52	0,18	0,09	0,74
Prueba K-S	$N_1 = N_2$	0,89	0,14	0,14	0,45

En la anterior tabla se observa que los valores-P de las pruebas: t para comparación de medias \bar{X} , F para comparación de desviaciones estándar (S), W para comparación de medianas (Me) y K-S para comparación de las distribuciones (N) de los dos conjuntos de datos, son mayores o iguales a 0,05 en los cuatro casos analizados, por lo tanto no existen diferencias significativas entre los parámetros comparados con un nivel de confianza del 95%, aceptando las hipótesis nulas planteadas y comprobando la precisión del instrumento y del método nefelométrico en términos de precisión intermedia.

- **Veracidad**

Para este análisis se midió la turbidez de la solución patrón de formacina de 10 NTU, a continuación se presentan los resultados promedio que se obtuvo con el triplicado de cada medición realizada con el turbidímetro HACH 2100:

Tabla 30 Datos de turbidez de la solución patrón de formacina de 10 NTU

	Valor de turbidez (NTU)
T _v 1	10,01
T _v 2	10,01
T _v 3	10,00
T _v 4	10,03
T _v 5	10,01
T _v 6	9,98
T _v 7	10,03
T _v 8	10,06
T _v 9	10,04
T _v 10	10,01
\bar{X}	10,02
Me	10,01
S	0,02
%CV	0,22
Grubbs	0,40
Shapiro-Wilk	0,62
Sesgo	0,02
t _{calc}	0,32
t _{tab}	2,26

En la anterior tabla se presentan los resultados de la desviación estándar cuyo valor es cercano por lo tanto existe homogeneidad entre los datos obtenidos, también se presentan los valores-P de las pruebas estadísticas de Grubbs para identificar los posibles valores atípicos y la prueba de Shapiro-Wilk para comprobar que los datos provienen de una distribución normal, los cuales son menores a 0,05 por lo tanto no hay evidencia de valores aberrantes en el conjunto de datos analizado que presenta una distribución normal, el valor del sesgo se obtuvo aplicando la Ecuación 11, se aplicó la prueba t de student, para la cual se obtuvo el valor de t_{calculado} con la Ecuación 12 y el valor de t_{tabulado} corresponde a un nivel de confianza del 95% y n-1 grados de libertad, se cumple que t_{calc} < t_{tab} por lo tanto no existe diferencia estadísticamente significativa entre el valor teórico de

turbidez de la solución patrón de formacina y el valor promedio obtenido con el turbidímetro HACH 2100, se comprueba que el método nefelométrico presenta la característica de veracidad con un nivel de confianza del 95%.

El método nefelométrico SM 2130-B para la determinación de turbidez en muestras de agua residual, cruda, potable y potable envasada es exacto ya que cumple con los criterios de aceptabilidad de precisión y veracidad.

4.4.2.2 Intervalo de trabajo

De acuerdo al valor de turbidez de las soluciones patrón de formacina utilizadas en la validación, el Intervalo de Trabajo para el método nefelométrico SM 2130-B utilizando el turbidímetro HACH 2100 Q en el LBA de Laboratorios del Valle:

$$\text{Intervalo de trabajo de turbidez} = 0.1 - 800 \text{ (UNT)}$$

4.4.3 Validación del método volumétrico SM 2320-B para la determinación de alcalinidad

Con la Ecuación 5 se calcula el valor de la alcalinidad de la muestra, las constantes en dicha ecuación son: la N (normalidad del ácido) y V (volumen de muestra titulado), por lo tanto la expresión para calcular la alcalinidad total en un muestra para el LBA es la Ecuación 21 donde A son los mL de ácido sulfúrico 0,02N requeridos para neutralizar 50 mL de muestra:

$$\text{Alcalinidad total (mgCaCO}_3\text{/L)} = A \times 20 \quad \text{Ecuación 21}$$

4.4.3.1 Exactitud

- **Precisión**

- Repetitividad

Repetitividad instrumental: El análisis de la repetitividad instrumental del método volumétrico se realizó sobre las soluciones preparadas 20, 50, 100, 150, 200, 250 y 300 (mg Na₂CO₃/L), se presentan los datos arrojados por el instrumento, es decir, la bureta:

Tabla 31 Datos de repetitividad instrumental del método volumétrico

	mL H ₂ SO ₄						
	20	50	100	150	200	250	300
A_{AD1}	1,10	2,50	5,10	7,30	10,10	12,50	14,80
A_{AD2}	1,10	2,60	5,10	7,50	10,10	12,50	14,80
A_{AD3}	1,20	2,60	5,10	7,50	9,90	12,50	15,10
A_{AD4}	1,20	2,40	5,00	7,60	9,90	12,40	15,10
A_{AD5}	1,10	2,40	5,00	7,50	9,90	12,40	15,10
A_{AD6}	1,00	2,60	4,90	7,50	9,80	12,60	15,00
A_{AD7}	1,10	2,50	5,20	7,40	9,90	12,60	15,00
A_{AD8}	1,00	2,70	5,20	7,40	10,10	12,50	14,90
A_{AD9}	1,00	2,50	5,00	7,40	10,00	12,70	14,90
A_{AD10}	0,90	2,50	5,00	7,60	10,00	12,70	14,90
\bar{X}	1,07	2,53	5,06	7,47	9,97	12,54	14,96
S	1,90	1,90	2,93	1,90	2,12	2,15	2,35
%CV	0,87	0,77	0,65	0,55	0,54	0,48	0,47

En la anterior tabla se presentan los datos estadísticos para el análisis de repetitividad instrumental del método volumétrico, los valores de la desviación estándar (S) son cercanos a cero, por lo tanto existe homogeneidad entre los conjuntos de datos obtenidos. Se considera que existe precisión en términos de repetitividad instrumental del método volumétrico ya que los valores de %CV son menores a 1% para todas las soluciones analizadas.

La prueba de Grubbs para identificación de valores atípicos y la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk sobre los anteriores conjuntos de datos arrojaron los siguientes resultados:

Tabla 32 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad instrumental del método volumétrico

	Soluciones con adición estándar						
	AP+20	AP+50	AP+100	AP+150	AP+200	AP+250	AP+300
Valor-P Grubbs	0,51	0,51	0,78	0,51	0,90	1,0	1,0
Valor-P Shapiro-Wilk	0,28	0,28	0,24	0,28	0,12	0,18	1,14

Los valores-P para las pruebas de Grubbs y de Shapiro-Wilk sobre los datos de alcalinidad de las soluciones adicionadas son mayores a 0,05 por lo tanto no

existen valores atípicos en estos conjuntos de datos que presentan una distribución normal con un nivel de confianza del 95,0%. Se aplicó el análisis Horwitz y se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 33 Análisis de Horwitz para repetitividad instrumental del método volumétrico

	Soluciones con adición estándar						
	AP+20	AP+50	AP+100	AP+150	AP+200	AP+250	AP+300
%CV	0,87	0,77	0,65	0,55	0,54	0,48	0,47
%CV_H	3,60	3,14	2,83	2,66	2,55	2,46	2,40
HorRat	0,24	0,24	0,23	0,21	0,21	0,19	0,20

En el análisis de Horwitz se cumple el criterio de aceptabilidad para todas las soluciones analizadas, siendo los valores del parámetro HorRat < 1,3 por lo tanto, el método volumétrico arroja resultados precisos en términos de repetitividad instrumental.

Repetitividad del método: A continuación se presentan los datos promedio de cada medición realizada por triplicado en la evaluación de la repetitividad del método volumétrico sobre una muestra de cada tipo de agua:

Tabla 34 Datos de repetitividad del método volumétrico

	Agua residual	Agua cruda	Agua potable	Agua potable envasada
A_{M1}	254	302	130	214
A_{M2}	252	300	124	216
A_{M3}	254	298	130	214
A_{M4}	250	298	128	212
A_{M5}	252	298	130	216
A_{M6}	254	300	128	210
A_{M7}	254	298	128	212
A_{M8}	256	298	132	216
A_{M9}	254	296	134	216
A_{M10}	252	296	136	218
\bar{X}	253	298	130	214
Me	254	298	130	215
S	1,69	1,84	3,40	2,46
%CV	0,67	0,62	2,61	1,15

En la anterior tabla se observa los valores de alcalinidad promedio obtenidos para cada tipo de agua analizado. Se observa que la alcalinidad del agua residual es mayor que la de los otros tipos de agua, esto puede ser causado por la presencia de sustancias básicas usadas en la limpieza de las resinas. El valor de alcalinidad para agua cruda es alto y puede ser producido por la presencia de bicarbonatos (HCO_3^-) que se forman entre el CO_2 atmosférico y el material de los suelos cercanos a fuentes de agua. También se observa que la alcalinidad del agua potable es menor a 200 mg $CaCO_3/L$ cumpliendo con la resolución 2115/07 para ser considerada apta para el consumo humano, la alcalinidad promedio del agua potable envasada es 214 mg $CaCO_3/L$ sobrepasando el límite máximo permitido, sin embargo, puede ser apta para el consumo humano si la sustancia que causa este valor de alcalinidad es el bicarbonato de sodio ($NaHCO_3$), el cual, en bajas concentraciones puede ser benéfico para la salud.

En la tabla 34 se observa que los valores de la desviación estándar (S) para cada tipo de agua analizado son cercanos a cero, por lo tanto se considera que cada conjunto de datos presenta homogeneidad. Los valores de %CV son menores a 3,7% por lo tanto se confirma la precisión del método volumétrico en términos de repetitividad.

Se aplicó la prueba de Grubbs para identificación de valores atípicos y la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk sobre los anteriores conjuntos de datos obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 35 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del método volumétrico

Prueba	Agua residual	Agua cruda	Agua potable	Agua potable envasada
Valor-P Grubbs	0,35	0,28	0,56	0,51
Valor-P Shapiro-Wilk	0,15	0,14	0,68	0,38

En la anterior tabla se observa que los valores-P para la prueba de Grubbs aplicada a los datos de alcalinidad obtenidos para los cuatro tipos de muestras reales de agua son mayores que 0,05 por lo tanto no existen valores atípicos en los conjuntos de datos de la Tabla 34 con un nivel de confianza del 95,0%. Igualmente, los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

- Precisión intermedia

Precisión intermedia instrumental: El análisis de la precisión instrumental del método volumétrico se realizó sobre las soluciones preparadas con 20, 100, 200 y 300 (mg Na₂CO₃/L); se presentan los valores arrojados por el instrumento, es decir, la bureta:

Tabla 36 Datos de precisión intermedia instrumental del método volumétrico

	mL H ₂ SO ₄							
	20		100		200		300	
	A	B	A	B	A	B	A	B
A _{AD1}	1,2	1,3	5,2	5,3	10,0	10,1	15,1	15,0
A _{AD2}	1,0	1,2	5,3	5,3	10,0	10,1	15,0	15,1
A _{AD3}	1,1	1,3	5,2	5,3	10,0	9,9	15,1	15,1
A _{AD4}	1,1	1,2	5,2	5,2	9,9	10,0	15,3	15,2
A _{AD5}	1,2	1,1	5,1	5,2	9,9	9,8	15,1	15,2
A _{AD6}	1,2	1,1	5,2	5,1	9,8	9,8	15,2	15,3
\bar{X}	1,1	1,2	5,2	5,2	9,9	10,0	15,1	15,2
S	1,6	1,8	1,3	1,6	1,6	2,8	2,1	2,1
%CV	0,8	0,8	0,4	0,5	0,4	0,7	0,4	0,4

En la anterior tabla se observa que los datos de ácido gastados en la titulación realizada, por separado, por los analistas A y B para las soluciones de 20, 100, 200 y 800 (mg CaCO₃/L) presentan un %CV < 1% por lo tanto se considera que el método volumétrico arroja resultados precisos en términos de precisión intermedia instrumental. A estos conjuntos de datos se aplicaron las pruebas estadísticas correspondientes para confirmar la característica de precisión, pero antes se evaluó la presencia de valores atípicos con la prueba de Grubbs y la normalidad con la prueba de Shapiro-Wilk, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 37 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia instrumental del método volumétrico

	Soluciones con adición estándar							
	AP+20		AP+100		AP+200		AP+300	
	A	B	A	B	A	B	A	B
Valor-P Grubbs	0,34	1,00	0,42	0,34	0,34	1,00	0,37	0,73
Valor-P Shapiro-Wilk	0,08	0,15	0,09	0,08	0,08	0,18	0,46	0,83

Los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de alcalinidad obtenidos por los analistas A y B para las cuatro soluciones adicionadas son mayores que 0,05 no existen valores atípicos en estos conjuntos de datos con un nivel de confianza del 95,0%. Los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

Se realizó el análisis de varianza de comparación de dos muestras de datos y se obtuvo los resultados de la Tabla 36, dentro de los cuales se encuentran los valores-P para las pruebas t, F, W y K-S con sus respectivas hipótesis nulas:

Tabla 38 Pruebas estadísticas para precisión intermedia instrumental del método volumétrico

	Hipótesis nula	Valor-P Soluciones con adición estándar			
		AP+20	AP+100	AP+200	AP+300
Prueba t	$\bar{X}_1 = \bar{X}_2$	0,21	0,45	0,80	0,78
Prueba F	$S_1 = S_2$	0,85	0,59	0,28	0,97
Prueba W	$Me_1 = Me_2$	0,27	0,43	0,87	0,80
Prueba K-S	$N_1 = N_2$	0,14	0,14	0,45	0,45

En la anterior tabla se observa que los valores-P de las pruebas: t para comparación de medias \bar{X} , F para comparación de desviaciones estándar (S), W para comparación de medianas (Me) y K-S para comparación de las distribuciones (N) de los dos conjuntos de datos, son mayores a 0,05 en los cuatro casos analizados, por lo tanto no existen diferencias significativas entre los parámetros comparados con un nivel de confianza del 95%, aceptando las hipótesis nulas planteadas y comprobando la precisión intermedia instrumental del método volumétrico.

Precisión intermedia del método: A continuación se presentan los datos promedio obtenidos por dos analistas en cada medición realizada por triplicado para la evaluación de la precisión intermedia del método volumétrico sobre los diferentes tipos de agua analizados:

Tabla 39 Datos de precisión intermedia del método volumétrico

	Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)							
	Agua residual		Agua cruda		Agua potable		Agua potable envasada	
	A	B	A	B	A	B	A	B
A_{M1}	260	260	294	292	146	148	212	218
A_{M2}	258	260	292	296	148	146	214	216
A_{M3}	258	262	296	292	148	146	216	216
A_{M4}	260	258	296	298	150	148	214	218
A_{M5}	256	256	294	294	148	146	212	212
A_{M6}	258	260	294	294	150	142	212	214
\bar{X}	258	259	2,94	294	148	146	213	216
Me	258	260	2,94	294	148	146	213	216
S	1,50	2,07	1,50	2,34	1,51	2,19	1,63	2,34
%CV	0,58	0,80	0,51	0,79	0,01	1,50	0,7	1,08

En la anterior tabla se observa que los datos de alcalinidad obtenidos por los analistas A y B para cuatro tipos de agua presentan un %CV $\leq 2\%$ por lo tanto se considera que con el método volumétrico se obtienen resultados precisos en términos de precisión intermedia. A estos conjuntos de datos se aplicaron las pruebas estadísticas correspondientes, para confirmar la característica de precisión (Tabla 39), pero antes se evaluó la presencia de valores atípicos con la prueba de Grubbs y la normalidad con la prueba de Shapiro-Wilk, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 40 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia del método volumétrico

	Agua residual		Agua cruda		Agua potable		Agua potable envasada	
	A	B	A	B	A	B	A	B
Valor-P Grubbs	0,48	0,37	0,48	0,45	0,48	0,10	0,34	0,45
Valor-P Shapiro-Wilk	0,21	0,46	0,21	0,40	0,21	0,07	0,08	0,40

Puesto que los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de alcalinidad obtenidos por los analistas A y B para cuatro tipos de agua son mayores que 0,05 no existen valores atípicos en estos conjuntos de datos con un nivel de confianza

del 95,0%. Los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores a 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

Se realizó el análisis de varianza de comparación de dos muestras de datos y se obtuvo los resultados de la Tabla 39, dentro de los cuales se encuentran los valores-P para las pruebas t, F, W y K-S y sus correspondientes hipótesis nulas:

Tabla 41 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del método volumétrico

	Hipótesis nula	Valor-P			
		Agua residual	Agua cruda	Agua potable	Agua potable envasada
Prueba t	$\bar{X}_1 = \bar{X}_2$	0,36	1,00	0,06	0,07
Prueba F	$S_1 = S_2$	0,50	0,36	0,43	0,45
Prueba W	$Me_1 = Me_2$	0,35	0,93	0,05	0,09
Prueba K-S	$N_1 = N_2$	0,14	0,45	0,05	0,14

En la anterior tabla se observa que los valores-P de las pruebas: t para comparación de medias \bar{X} , F para comparación de desviaciones estándar (S), W para comparación de medianas (Me) y K-S para comparación de las distribuciones (N) de los dos conjuntos de datos, son mayores o iguales a 0,05 en los cuatro casos analizados, por lo tanto no existen diferencias significativas entre los parámetros comparados con un nivel de confianza del 95%, aceptando las hipótesis nulas planteadas y comprobando la precisión del instrumento y del método volumétrico en términos de precisión intermedia.

- **Veracidad**

Para este análisis se realizó la adición estándar de 20, 50, 100, 150, 200 250 y 300 mg CaCO₃/L sobre tres matrices reales: una muestra de agua potable (AP) de 136 mg CaCO₃/L, una muestra de agua cruda (AC) de 232 mg CaCO₃/L y una muestra de agua residual (AR) de 270 mg CaCO₃/L. Se realizaron 6 determinaciones de la alcalinidad a cada muestra adicionada.

Tabla 42 Adición estándar sobre la muestra de agua potable

	Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)						
	AP+20	AP+50	AP+100	AP+150	AP+200	AP+250	AP+300
A_{AD1}	158	186	236	284	338	386	434
A_{AD2}	158	186	238	286	338	384	434
A_{AD3}	156	188	238	286	336	386	438
A_{AD4}	154	184	236	288	334	388	436
A_{AD5}	158	182	234	284	332	384	436
A_{AD6}	156	186	232	284	332	386	434
\bar{X}	157	185	236	285	335	386	435
S	1,63	2,06	2,34	1,63	2,75	1,51	1,63
%CV	1,04	1,11	0,99	0,57	0,82	0,39	0,38
%Rec	105	98	100	99	100	100	100

En los anteriores conjuntos de datos el valor de la desviación estándar es cercano a cero por lo tanto existe homogeneidad entre las mediciones de alcalinidad realizadas en cada nivel de concentración adicionado, El coeficiente de variación %CV < 3,7% mostrando repetitividad en los resultados. Los valores del porcentaje de recuperación se encuentran dentro del rango de 95-105% por lo tanto el método volumétrico cumple con la característica de veracidad en agua potable.

Tabla 43 Adición estándar sobre la muestra de agua cruda

	Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)						
	AC+20	AC+50	AC+100	AC+150	AC+200	AC+250	AC+300
A_{AD1}	250	286	330	384	432	484	536
A_{AD2}	254	280	328	380	430	480	534
A_{AD3}	254	280	330	382	428	482	532
A_{AD4}	252	282	332	378	434	486	530
A_{AD5}	250	284	334	384	430	478	532
A_{AD6}	254	284	330	382	430	478	528
\bar{X}	252	283	331	382	431	481	532
S	1,97	2,42	2,07	2,34	2,07	3,27	2,83
%CV	0,78	0,86	0,62	0,61	0,48	0,68	0,53
%Rec	100	102	99	100	100	100	100

En los anteriores conjuntos de datos el valor de la desviación estándar es cercano a cero por lo tanto existe homogeneidad entre las mediciones de alcalinidad realizadas en cada nivel de concentración adicionado, El coeficiente de variación %CV < 3,7% mostrando repetitividad en los resultados. Los valores del porcentaje

de recuperación se encuentran dentro del rango de 95-105% por lo tanto el método volumétrico cumple con la característica de veracidad en agua cruda.

Tabla 44 Adición estándar sobre la muestra de agua residual

	Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)						
	AR+20	AR+50	AR+100	AR+150	AR+200	AR+250	AR+300
A_{AD1}	290	324	370	422	470	522	570
A_{AD2}	286	322	372	422	472	520	576
A_{AD3}	294	324	370	420	470	520	574
A_{AD4}	288	326	368	416	468	522	568
A_{AD5}	290	322	372	424	472	524	570
A_{AD6}	292	320	368	422	470	522	572
\bar{X}	290	322	370	421	470	522	572
S	2,82	2,10	1,79	2,76	1,51	1,51	2,94
%CV	0,98	0,65	0,48	0,65	0,32	0,29	0,51
%Rec	100	104	100	101	100	101	101

En los anteriores conjuntos de datos el valor de la desviación estándar es cercano a cero por lo tanto existe homogeneidad entre las mediciones de alcalinidad realizadas en cada nivel de concentración adicionado, El coeficiente de variación %CV < 3,7% mostrando repetitividad en los resultados. Los valores del porcentaje de recuperación se encuentran dentro del rango de 95-105% por lo tanto el método volumétrico cumple con la característica de veracidad en agua residual.

4.4.3.2 Límite de detección y límite de cuantificación

Para este análisis se preparó una solución patrón de 20 mg CaCO₃/L diariamente durante 15 días, se midió su alcalinidad en tres jornadas: mañana, medio día y tarde, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 45 Datos para la determinación de los límites de detección y cuantificación de alcalinidad

		Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)		
		Mañana	Medio día	Tarde
Día	Jornada			
1		20	22	22
2		18	20	18
3		20	18	20
4		20	22	22
5		18	20	22
6		18	20	20
7		20	18	22
8		22	20	18
9		22	22	18
10		20	20	20
11		20	20	20
12		18	22	22
13		20	20	22
14		22	18	20
15		20	22	20

A los 45 datos se aplicó la prueba de Grubbs para identificar los posibles valores atípicos, se calculó valor medio \bar{X} y su desviación estándar S , el valor del coeficiente de variación es 7,26% al ser menor a 10% se consideran datos homogéneos, sin diferencias significativas entre ellos. Se encontró el valor del límite de detección con la Ecuación 19 y el límite de cuantificación con la Ecuación 20, los resultados se presentan a continuación:

Tabla 46 Límites de detección y cuantificación del método volumétrico

Valor-P Grubbs	1,00
\bar{X}	20,18
S	1,47
LD	24,59
LC	34,88

El valor mínimo detectable por el método volumétrico es 24,59 mg CaCO₃/L y el valor mínimo cuantificable es 34,88 mg CaCO₃/L.

- **Intervalo de trabajo**

De acuerdo a los valores de las soluciones patrón de CaCO_3 utilizadas en la validación, el Intervalo de Trabajo para el método volumétrico SM 2320-B en el LBA de Laboratorios del Valle:

Intervalo de trabajo de alcalinidad= 20-300 (mg CaCO_3 /L)

4.4.4 Validación del método de incubación/electrométrico SM 5210-B/SM 4500 O-G para la determinación de DBO_5

4.4.4.1 Exactitud

- **Precisión**

- Repetitividad

Repetitividad del instrumento: En la Tabla 48 se presentan los datos de oxígeno disuelto inicial (OD_i) y oxígeno disuelto final (OD_f) medidos con el equipo HQd 40 HACH sobre 10 sub-muestras de cada solución patrón de O_2 (7, 80 y 198 mgO_2 /L) para el análisis de la repetitividad instrumental del método de incubación/electrométrico.

En la siguiente tabla se presentan los valores de las soluciones de inóculos y el respectivo Factor de Control de Inóculo promedio (\overline{ICF}) para las soluciones de 80 y 198 mgO_2 /L:

Tabla 47 Datos para el análisis de repetitividad instrumental de DBO_5 en las soluciones de 80 y 198 mgO_2 /L

Solución de inóculo	Solución de 80 mgO_2 /L				Solución de 198 mgO_2 /L					
	B_1	B_2	F	ICF	B_1	B_2	F	ICF		
I1	7,26	0,35	0,30	2,07	7,33	0,53	0,30	2,04		
I2	7,32	0,33	0,20	1,40	7,29	0,61	0,20	1,34		
I3	7,22	0,25	0,15	1,05	7,28	0,55	0,15	1,01		
I4	7,21	0,18	0,12	0,84	7,29	0,47	0,12	0,82		
	ICF promedio				1,34	ICF promedio				1,30

Dónde: B_1 es el OD del inóculo antes de la incubación; B_2 es el OD del inóculo después de la incubación y F es el factor entre el volumen de inóculo en la muestra (3 mL)/volumen de inóculo en cada botella (10, 15, 20 y 25 mL).

Tabla 48 Datos de repetitividad instrumental del método de incubación/electrométrico

	Solución 7 mgO ₂ /L			Solución 80 mgO ₂ /L			Solución 198 mgO ₂ /L		
	OD _i	OD _f	DBO ₅	OD _i	OD _f	DBO ₅	OD _i	OD _f	DBO ₅
D_{B1}	7,23	0,68	6,55	6,29	3,21	87,00	6,31	1,12	194,45
D_{B2}	7,50	1,08	6,42	6,32	3,22	88,00	6,28	1,21	188,45
D_{B3}	7,32	0,82	6,50	6,36	3,31	85,50	6,38	1,24	191,95
D_{B4}	7,29	1,01	6,28	6,42	3,33	87,50	6,42	1,11	200,45
D_{B5}	7,28	0,80	6,48	6,33	3,34	82,50	6,28	1,17	190,45
D_{B6}	7,23	0,99	6,24	6,38	3,26	89,00	6,22	1,22	184,95
D_{B7}	7,27	0,85	6,42	6,40	3,28	89,00	6,42	1,18	196,95
D_{B8}	7,38	1,10	6,28	6,36	3,29	86,50	6,44	1,09	202,45
D_{B9}	7,40	1,04	6,36	6,28	3,34	80,00	6,48	1,22	197,95
D_{B10}	7,29	1,02	6,27	6,34	3,26	87,00	6,46	1,11	202,45
\bar{X}			6,38			86,2			195,05
Me			6,39			87,0			195,7
S			0,109			2,879			6,031

Con los datos de las Tablas 47 y 48 y las Ecuaciones 7 y 8 se calcularon los valores de DBO₅ para cada una de las soluciones patrón analizadas. Los datos estadísticos de estos valores indican un grado de homogeneidad entre ellos ya que los valores de la desviación estándar (S) son bajos.

Se realizó un análisis de datos continuos en el programa Statgraphics para identificar los valores atípicos con la prueba de Grubbs, también se aplicó la prueba de Shapiro-Wilk para determinar si los anteriores conjuntos de datos provienen de una distribución normal. A continuación se presentan los valores-P de las dos pruebas aplicadas:

Tabla 49 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad instrumental del método de incubación/electrométrico

	Solución patrón DBO ₅ (mgO ₂ /L)		
	7	80	198
Valor-P Grubbs	1,0	0,11	0,74
Valor-P Shapiro-Wilk	0,37	0,05	0,68

Puesto que los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de DBO₅ obtenidos para las tres soluciones patrón son mayores que 0,05 no existen valores aberrantes en estos conjuntos de datos con un nivel de confianza del 95,0%. Los

valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores o iguales que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

Se realizó el análisis de Horwitz para comprobar la precisión instrumental del método de incubación/electrométrico y se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 50 Análisis de Horwitz para repetitividad instrumental del método de incubación/electrométrico

	Solución patrón DBO ₅ (mgO ₂ /L)		
	7	80	198
%CV	1,72	3,34	3,09
%CV_H	4,22	2,93	2,55
HorRat	0,41	1,14	1,21

El criterio de aceptabilidad de Horwitz se cumple para todas las soluciones patrón de DBO₅ analizadas, siendo los valores del parámetro HorRat menores a 1,3 por lo tanto, el método de incubación/electrométrico es preciso en términos de repetitividad instrumental.

Repetitividad del método: En la Tabla 52 se presentan los datos de oxígeno disuelto inicial (OD_i) y oxígeno disuelto final (OD_f) medidos con el equipo HQd 40 HACH sobre 10 sub-muestras de dos tipos de agua residual: el agua residual industrial y el agua residual doméstica que puede contener mayor cantidad de materia orgánica que el agua residual de la industria del barniz.

Al medir el oxígeno disuelto inicial del agua residual industrial se encontró un valor menor a 7 mgO₂/L por lo tanto se analizó como si fuera un agua cruda.

A continuación se presentan los valores de las soluciones de inóculos y el respectivo (\overline{ICF}) para la muestra de agua residual doméstica:

Tabla 51 Datos para el análisis de repetitividad del método de incubación/electrométrico para agua residual doméstica

Solución de inóculo	Agua residual doméstica			
	B ₁	B ₂	F	ICF
I1	7,12	0,46	0,30	2,00
I2	7,18	0,32	0,20	1,37
I3	7,18	0,28	0,15	1,04
I4	7,16	0,14	0,12	0,84
	ICF promedio			1,31

Dónde: B_1 es el OD del inóculo antes de la incubación; B_2 es el OD del inóculo después de la incubación y F es el factor entre el volumen de inóculo en la muestra (3 mL)/volumen de inóculo en cada botella (10, 15, 20 y 25 mL).

Tabla 52 Datos de repetitividad del método de incubación/electrométrico

	Agua residual industrial			Agua residual doméstica		
	OD _i	OD _f	DBO ₅	OD _i	OD _f	DBO ₅
D_{M1}	6,28	0,11	6,17	6,72	3,12	114,41
D_{M2}	6,35	1,01	5,34	6,66	3,14	110,41
D_{M3}	6,23	0,10	6,13	6,74	3,14	114,41
D_{M4}	6,32	0,06	6,26	6,68	3,18	109,41
D_{M5}	6,32	0,08	6,24	6,74	3,14	114,41
D_{M6}	6,21	0,10	6,11	6,72	3,12	114,41
D_{M7}	6,38	0,06	6,32	6,74	3,14	114,41
D_{M8}	6,26	0,06	6,20	6,76	3,16	114,41
D_{M9}	6,27	0,11	6,16	6,72	3,14	113,41
D_{M10}	6,15	0,11	6,04	6,68	3,13	111,91
\bar{X}			6,10			113,16
Me			6,17			114,41
S			0,28			1,90
%CV			4,56			1,68

En la anterior tabla se observa que, efectivamente, la muestra de agua residual industrial presenta un valor de DBO₅ menor al del agua residual doméstica, es decir que esta última presenta mayor cantidad de materia orgánica oxidable que la primera. Los valores de la desviación estándar (S) en los dos casos son cercanos a cero por lo tanto existe homogeneidad entre cada conjunto de datos. Los valores del %CV son menores a 3,7% confirmando la precisión del método de incubación/electrométrico en términos de repetitividad.

Se aplicó la prueba de Grubbs para identificación de datos atípicos y la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk sobre los valores de la Tabla 52, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 53 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para repetitividad del método de incubación/electrométrico

Prueba	Agua residual industrial	Agua residual doméstica
Valor-P Grubbs	0,00	0,27
Valor-P Shapiro-Wilk	0,00	0,00

En la anterior tabla se observa que el valor-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de DBO₅ de la muestra de agua residual industrial es menor a 0,05 por lo tanto existe un valor atípico, el programa Statgraphics indica que dicho valor se encuentra en la fila 2, es decir 5,34, este valor atípico puede ser provocado por errores sistemáticos y no aleatorios ya que el análisis de repetitividad instrumental del método fue favorable. En el caso del agua residual doméstica no existen valores aberrantes ya que el valor-P de la prueba de Grubbs es mayor a 0,05 con un nivel de confianza del 95,0%. La prueba de Shapiro-Wilk arrojó valores-P menores a 0,05 para las dos muestras de agua residual, por lo tanto no se puede asegurar que los datos presentan una distribución normal, esto no tiene un efecto posterior ya que el análisis para determinar la precisión del método en términos de repetitividad se realizó con el coeficiente de variación (%CV) y no con una prueba estadística especializada como el análisis de Horwitz, el cual no es aplicable a muestras de matriz real.

- Precisión intermedia

Precisión intermedia del instrumento: En la siguiente tabla se presentan los valores de las soluciones de inóculos y el respectivo Factor de Control de Inóculo promedio (\overline{ICF}) para las soluciones de 80 mgO₂/L y 198 mgO₂/L:

Tabla 54 Datos para el análisis de precisión intermedia instrumental de DBO₅ obtenidos por el analista A

Inóculo	Analista A							
	Solución de 80 mg O ₂ /L				Solución de 198 mg O ₂ /L			
	B ₁	B ₂	F	ICF	B ₁	B ₂	F	ICF
I1	7,28	0,25	0,30	2,11	7,23	0,44	0,30	2,04
I2	7,22	0,34	0,20	1,38	7,31	0,52	0,20	1,36
I3	7,26	0,22	0,15	1,06	7,34	0,47	0,15	1,03
I4	7,16	0,11	0,12	0,85	7,33	0,42	0,12	0,83
	ICF promedio			1,35	ICF promedio			1,31

Tabla 55 Datos para el análisis de precisión intermedia instrumental de DBO₅ obtenidos por el analista B

Analista B								
Inóculo	Solución de 80 mg O ₂ /L				Solución de 198 mg O ₂ /L			
	B ₁	B ₂	F	ICF	B ₁	B ₂	F	ICF
I1	7,32	0,36	0,30	2,09	7,26	0,44	0,30	2,05
I2	7,28	0,22	0,20	1,41	7,22	0,32	0,20	1,38
I3	7,22	0,18	0,15	1,06	7,24	0,27	0,15	1,05
I4	7,20	0,14	0,12	0,85	7,22	0,12	0,12	0,85
	ICF promedio			1,35	ICF promedio			1,33

En la siguiente tabla se presentan los datos de oxígeno disuelto inicial (OD_i) y oxígeno disuelto final (OD_f) medidos con el equipo HQd 40 HACH por dos analistas sobre 6 muestras de cada solución patrón de O₂ (7, 80 y 198 mgO₂/L):

Tabla 56 Datos para el análisis de la precisión intermedia instrumental del método de incubación/electrométrico

	DBO ₅ mgO ₂ /L					
	Solución 7 mgO ₂ /L		Solución 80 mgO ₂ /L		Solución 198 mgO ₂ /L	
	A	B	A	B	A	B
D _{B1}	6,48	6,65	85,16	87,46	202,82	199,46
D _{B2}	6,58	6,62	87,66	89,46	204,82	200,96
D _{B3}	6,57	6,61	84,16	85,96	200,82	198,46
D _{B4}	6,61	6,59	86,16	87,46	194,32	198,96
D _{B5}	6,66	6,61	88,16	82,46	204,82	201,46
D _{B6}	6,57	6,69	85,66	87,46	194,32	203,46
\bar{X}	6,58	6,63	86,16	86,71	200,32	200,46
Me	6,58	6,62	85,91	87,46	201,82	200,21
S	0,06	0,04	1,52	2,36	4,88	1,87
%CV	0,90	0,54	1,76	2,72	2,43	0,93

En la anterior tabla se observa que los datos de DBO₅ obtenidos por los analistas A y B para las soluciones patrón de 7, 80 y 198 (mg O₂/L) presentan un %CV < 3% por lo tanto se considera que el método de incubación/electrométrico arroja resultados precisos en términos de precisión intermedia. A estos conjuntos de datos se aplicaron las pruebas estadísticas correspondientes para confirmar la característica de precisión, pero antes se evaluó la presencia de valores atípicos

con la prueba de Grubbs y la normalidad con la prueba de Shapiro-Wilk, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 57 Pruebas de Grubbs y Shapiro-Wilk para precisión intermedia instrumental del método de incubación/electrométrico

	Valor-P					
	Solución 7 mgO ₂ /L		Solución 80 mgO ₂ /L		Solución 198 mgO ₂ /L	
	A	B	A	B	A	B
Grubbs	0,29	0,22	0,99	0,12	1,00	0,38
Shapiro-Wilk	0,63	0,37	0,81	0,22	0,08	0,65

Puesto que los valores-P para la prueba de Grubbs sobre los datos de DBO₅ obtenidos por los analistas A y B para las soluciones patrón analizadas son mayores que 0,05 no existen valores atípicos en estos conjuntos de datos con un nivel de confianza del 95,0%. Los valores-P para la prueba de Shapiro-Wilk son mayores que 0,05 por lo tanto los conjuntos de datos analizados presentan una distribución normal.

Se realizó el análisis de varianza de comparación de dos muestras de datos y se obtuvo los resultados de la Tabla 56, dentro de los cuales se encuentran los valores-P para las pruebas t, F, W y K-S y sus correspondientes hipótesis nulas:

Tabla 58 Pruebas estadísticas para precisión intermedia instrumental del método de incubación/electrométrico

	Hipótesis nula	Valor-P Solución de DBO ₅ (mgO ₂ /L)		
		7	80	198
Prueba t	$\bar{X}_1 = \bar{X}_2$	0,11	0,64	0,95
Prueba F	$S_1 = S_2$	0,30	0,35	0,06
Prueba W	$Me_1 = Me_2$	0,09	0,69	0,81
Prueba K-S	$N_1 = N_2$	0,14	0,89	0,89

En la anterior tabla se observa que los valores-P de las pruebas: t para comparación de medias \bar{X} , F para comparación de desviaciones estándar (S), W para comparación de medianas (Me) y K-S para comparación de las distribuciones (N) de los dos conjuntos de datos, son mayores a 0,05 para los tres casos analizados, por lo tanto no existen diferencias significativas entre los parámetros comparados con un nivel de confianza del 95%, aceptando las hipótesis nulas

planteadas y comprobando la precisión intermedia instrumental del método de incubación/electrométrico.

Precisión intermedia del método: A continuación se presentan los datos promedio obtenidos por dos analistas en cada medición realizada por triplicado para la evaluación de la precisión intermedia del método de incubación/electrométrico sobre una muestra de agua residual doméstica:

Tabla 59 Datos para el análisis de precisión intermedia del método de incubación electrométrico en agua residual doméstica

Inóculo	Agua residual doméstica								
	Analista A				Analista B				
	B ₁	B ₂	F	ICF	B ₁	B ₂	F	ICF	
I1	7,34	0,54	0,30	2,04	7,14	0,43	0,30	2,01	
I2	7,32	0,46	0,20	1,37	7,12	0,33	0,20	1,36	
I3	7,33	0,34	0,15	1,05	7,16	0,26	0,15	1,05	
I4	7,36	0,28	0,12	0,85	7,13	0,18	0,12	0,83	
	ICF promedio				1,33	ICF promedio			
						1,31			

Tabla 60 Datos para el analisis de precisión intermedia del método de incubación/electrométrico

	DBO ₅ en Agua residual doméstica	
	Analista A	Analista B
	D _{M1}	114,62
D _{M2}	119,62	115,50
D _{M3}	116,12	117,00
D _{M4}	109,62	115,50
D _{M5}	108,62	113,50
D _{M6}	118,62	114,50
\bar{X}	114,54	114,50
Me	115,37	115,00
S	4,57	2,07
%CV	3,99	1,81
Valor-P Grubbs	1,00	0,25
Valor-P Shapiro-Wilk	0,41	0,72

En la anterior tabla se observa que los datos de DBO₅ obtenidos por los analistas A y B para una muestra de agua residual doméstica presentan un %CV ≤ 4% por

lo tanto se considera que con el método de incubación/electrométrico se obtienen resultados precisos en términos de precisión intermedia. Los valores-P obtenidos con la prueba de Grubbs son menores a 0,05 por lo tanto no hay evidencia de datos atípicos, así mismo, los valores-P de la prueba de Shapiro-Wilk indican que los resultados provienen de una distribución normal con un nivel de confianza del 95%. A estos conjuntos de datos se aplicaron las pruebas estadísticas correspondientes, para confirmar la característica de precisión, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 61 Pruebas estadísticas para precisión intermedia del método de incubación/electrométrico

	Hipótesis nula	Agua residual
Prueba t	$\bar{X}_1 = \bar{X}_2$	0,98
Prueba F	$S_1 = S_2$	0,11
Prueba W	$Me_1 = Me_2$	0,81
Prueba K-S	$N_1 = N_2$	0,89

En la anterior tabla se observa que los valores-P de las pruebas: t para comparación de medias \bar{X} , F para comparación de desviaciones estándar (S), W para comparación de medianas (Me) y K-S para comparación de las distribuciones (N) de los dos conjuntos de datos, son mayores o iguales a 0,05, por lo tanto no existen diferencias significativas entre los parámetros comparados con un nivel de confianza del 95%, aceptando las hipótesis nulas planteadas y comprobando la precisión del método de incubación/electrométrico en términos de precisión intermedia.

- **Veracidad**

Para este análisis se midió la DBO₅ de la solución patrón de 198 mg O₂/L, a continuación se presentan los resultados promedio que se obtuvo con el triplicado de cada medición realizada:

Tabla 62 Datos de DBO₅ de la solución patrón de 198 mgO₂/L

	DBO₅ (mgO₂/L)
D_v1	198,98
D_v2	198,48
D_v3	200,98
D_v4	201,98
D_v5	199,98
D_v6	203,98
D_v7	202,48
D_v8	198,48
D_v9	202,48
D_v10	201,98
\bar{X}	200,98
Me	201,48
S	1,92
%CV	0,95

En la anterior tabla se presenta el valor de la desviación estándar el cual es cercano por lo tanto existe homogeneidad entre los datos obtenidos Al anterior conjunto de datos se aplicaron las pruebas estadísticas de Grubbs, de Shapiro-Wilk y la prueba t de student, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 63 Pruebas estadísticas para veracidad de DBO₅

	Valor
Grubbs	0,99
Shapiro-Wilk	0,37
Sesgo	2,98
t_{calc}	0,49
t_{tab}	2,26

Los valores-P de las pruebas estadísticas de Grubbs para identificar los posibles valores atípicos y la prueba de Shapiro-Wilk para comprobar que los datos provienen de una distribución normal, los cuales son mayores a 0,05 por lo tanto no hay evidencia de valores aberrantes en el conjunto de datos analizado que presenta una distribución normal, el valor del sesgo se obtuvo aplicando la Ecuación 11, para la prueba t de student, se obtuvo el valor de t_{calculado} con la Ecuación 12 y el valor de t_{tabulado} corresponde a un nivel de confianza del 95% y n-1 grados de libertad, se cumple que t_{calc} < t_{tab} por lo tanto no existe diferencia estadísticamente significativa entre el valor teórico de turbidez de la solución patrón de DBO₅ y el valor promedio obtenido con el método de

incubación/electrométrico, se comprueba que dicho método presenta la característica de veracidad con un nivel de confianza del 95%.

El método incubación/electrométrico SM 5210-B/SM 4500 O-G para la determinación de DBO_5 en muestras de agua residual es exacto ya que cumple con los criterios de aceptabilidad de precisión y veracidad.

4.4.4.2 Límite de detección y límite de cuantificación

Para este análisis se determinó la DBO_5 de la solución patrón de 7 mg O_2/L diariamente durante 15 días en tres jornadas: mañana, medio día y tarde, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 64 Datos para la determinación de los límites de detección y cuantificación del método de incubación/electrométrico

		DBO ₅ (mg O ₂ /L)		
		Mañana	Medio día	Tarde
Jornada	Día			
	1	6,77	6,74	6,77
	2	6,73	6,74	6,68
	3	6,67	6,74	6,67
	4	6,38	6,37	6,55
	5	6,63	6,57	6,58
	6	6,60	6,55	6,65
	7	6,60	6,62	6,58
	8	6,77	6,79	6,74
	9	6,55	6,57	6,55
	10	6,60	6,54	6,58
	11	6,56	6,57	6,57
	12	6,53	6,55	6,56
	13	6,60	6,67	6,63
	14	6,56	6,51	6,57
	15	6,63	6,67	6,57

A los anteriores 45 datos se aplicó la prueba de Grubbs para identificar los posibles valores atípicos, se calculó valor medio \bar{X} y su desviación estándar S , el valor del coeficiente de variación es 1,41% al ser menor a 10% se consideran datos homogéneos, sin diferencias significativas entre ellos. Se encontró el valor del límite de detección con la Ecuación 19 y el límite de cuantificación con la Ecuación 20, los resultados se presentan a continuación:

Tabla 65 Límites de detección y cuantificación del método de incubación/electrométrico

Valor-P Grubbs	1,00
\bar{X}	6,61
S	0,09
LD	6,88
LC	7,51

El valor mínimo detectable por el método de incubación/electrométrico es 6,88 mg O₂/L y el valor mínimo cuantificable es 7,51 mg O₂/L.

- **Intervalo de trabajo**

De acuerdo al límite de cuantificación calculado y al valor máximo de la solución estándar que fue analizada en este proceso de validación, se determinó el extremo inferior y el extremo superior, respectivamente, del Intervalo de Trabajo para el ensayo de DBO₅ en el LBA de Laboratorios del Valle:

Intervalo de trabajo de DBO₅= 7,51 -198 (mg O₂/L)

5. CONCLUSIONES

El porcentaje de cumplimiento de los requisitos de la NTC ISO/IEC 17025 en el LBA de la empresa Laboratorios del Valle al iniciar esta práctica fue de 14,52%. Con la estructuración e implementación de los documentos necesarios para la implementación de un Sistema de Gestión de Calidad y la validación de cuatro métodos de análisis fisicoquímico en muestras de agua se llegó a un porcentaje de cumplimiento del 93,95%.

La validación de los métodos: potenciométrico SM 4500 H⁺-B para la determinación de pH, nefelométrico SM 2130-B para la determinación de la alcalinidad y volumétrico SM 2320-B para la determinación de alcalinidad son exactos, lineales y sensibles a la concentración de sus parámetros fisicoquímicos correspondientes siendo aplicables a muestras de agua residual, cruda, potable y potable envasada.

La validación del método de incubación/electrométrico SM 5210/SM 4500 O-G para la determinación de DBO₅ es exacto, lineal y sensible a la concentración de oxígeno disuelto siendo aplicable a muestras de agua residual.

Con la culminación de esta práctica, la empresa Laboratorios del Valle adelanta el proceso de acreditación del Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos, Aguas y Superficies de la NTC-ISO/IEC 17025 ante el IDEAM.

6. RECOMENDACIONES

Se recomienda a la Alta Gerencia y en especial al Comité de Acreditación de Laboratorios del Valle vigilar el Sistema de Gestión de Calidad bajo los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025 implementado y propender por la mejora continua de este dentro de la empresa.

Se recomienda al analista fisicoquímico del LBA desarrollar un procedimiento para estimar la incertidumbre asociada a las medidas de pH, turbidez, alcalinidad y DBO₅ en muestras de agua residual, cruda, potable y potable envasada con el fin de cumplir el requisito 5.4.6 de la NTC-ISO/IEC 17025.

Se recomienda al analista fisicoquímico del LBA realizar Cartas de Control para comprobar que los métodos validados se encuentran bajo control estadístico.

Se recomienda realizar verificaciones de los métodos validados cada año o cuando la empresa lo considere pertinente.

7. BIBLIOGRAFÍA

Analytical Methods Committee, "Recommendations for the Definition, Estimation and Use of the Detection Limit", *The Analyst*, 1987, 112, 199-204.

ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE FARMACÉUTICOS DE LA INDUSTRIA. Validación de métodos analíticos. Madrid. 2001. 331 p.

BALSECA, Marcela. Estudio del Sistema de Calidad de los Laboratorios de ensayo de la empresa procesadora de alimentos Marcseal S.A. basado en la norma ISO/IEC 17025. Quito. Universidad Tecnológica Equinoccial. 2007. 287 p.

BECKETT, Jason, SLAY Jill. Scientific underpinnings and background to standards and accreditation in digital forensics. 2011. *Digital Investigation* 8(2): 114-121

CITAC/EURACHEM. Guide to Quality in Analytical Chemistry. An Aid to Accreditation. CITAC/EURACHEM. Prague 2003.

COLOMBIA. MINISTERIO DE AGRICULTURA. Decreto 1594. (26, junio, 1984). Por el cual se reglamenta parcialmente el Título I de la Ley 9 de 1979, así como el Capítulo II del Título VI -Parte III- Libro II y el Título III de la Parte III -Libro I- del Decreto - Ley 2811 de 1974 en cuanto a usos del agua y residuos líquidos. Bogotá D.C.: El Ministerio, 1984. 55 p.

COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE. Resolución 0268. (6, marzo, 2015). Por la cual se modifica la resolución 0176 de 2003 y 1754 de 2008, y se establecen los requisitos y el procedimiento de acreditación de organismos de evaluación de la conformidad de matrices ambientales, bajo la norma NTC-ISO/IEC 17025 en Colombia. Bogotá D.C. El Ministerio 2015. 14 p.

COLOMBIA. MINISTERIO DE COMERCIO, INDUSTRIA Y TURISMO. Decreto 1595 (5, agosto, 2015). Por el cual se dictan normas relativas al subsistema Nacional de la Calidad y se modifica el capítulo 7 y la sección 1 del capítulo 8 del título 1 de la parte 2 del libro 2 del Decreto Único Reglamentario del Sector Comercio, Industria y Turismo, Decreto 1074 de 2015, y se dictan otras disposiciones. Bogotá D.C. El Ministerio, 2015. 49 p

COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL. Resolución 2115. (22, junio, 2007). Por la cual se señalan características, instrumentos básicos y

frecuencias del sistema de control y vigilancia para la calidad del agua para consumo humano. Bogotá D.C.: El Ministerio, 2007. 23 p.

COLOMBIA. MINISTERIO DE SALUD. Resolución 12186. (20, septiembre, 1991). Por la cual se fijan las condiciones para los procesos de obtención, envasado y comercialización de agua potable tratada con destino al consumo humano. Bogotá D.C.: El Ministerio, 1991. 8 p.

COLOMBIA. MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE. Decreto 1600. (27, julio, 1994). Por el cual se reglamenta parcialmente el Sistema Nacional Ambiental (SINA) en relación con los Sistemas Nacionales de Investigación Ambiental y de Información Ambiental. Bogotá D.C.: El Ministerio, 1994. 8 p.

E. W. Rice, R.B. Baird, A.D. Eaton, L.S. Clesceri. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Washington D.C.: APHA, AWWA, WEF 22^o Edition, 2012. 1496 p.

EURACHEM GUIDE. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. 1998. 69 p.

GARVIN, David, ARTEMIS March. A Note on Quality: The Views of Deming, Juran, and Crosby. Boston. 1981. Harvard Business School Press, American Society for Quality. www.asq.org, Consultada Agosto 13, 2013

GÓMEZ, Hernández J. A. *Gestión de Bibliotecas, Calidad y Evaluación*. Universidad de Murcia. 2002

ICH Topic Q2 Validation of Analytical Methods, The European Agency for the Evaluation of Medicinal Products. CPMP/ICH/381/95.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Calidad del agua. Determinación de la turbiedad. Método nefelométrico. NTC 4707. Bogotá D.C.: El Instituto, 1999. 7 p.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. NTC-ISO/IEC 17025. Bogotá D.C.: El Instituto, 2005. 49 p.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Sistemas de Gestión de la Calidad. Fundamentos y Vocabulario. NTC-ISO 9000. Bogotá D.C.: El Instituto, 2005. 38 p.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. , Sistemas de Gestión de la Calidad. Requisitos. NTC-ISO 9001. Bogotá D.C.: El Instituto, 2000. 38 p

INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA DE CHILE. Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: Aspectos generales sobre la validación de métodos. Santiago, 2010. 67 p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Statistics, Vocabulary and symbols. ISO 3534-1. Geneva, 1993.

IUPAC, Nomenclature for automated and mechanised analysis (Recommendations 1989) 1989, 61, 1657. p. 1660

IUPAC. Nomenclature in evaluation of analytical methods, including detection and quantification capabilities (Recommendations 1995). Pure & appl. Chem., 1995, 67, 1699 - 1723.

LONDOÑO C. Adela, GIRALDO G. Gloria, GUTIERRES G. Ádamo. Métodos analíticos para la evaluación de la calidad fisicoquímica del agua. Manizales: Blanecolor Ltda., 2010. 154 p.

ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD. Guías para la calidad del agua potable. Ginebra, 2004. 101 p.

RINCÓN, Lina Paola., FAJARDO, Felipe. *Cómo implementar un sistema de gestión práctico y eficaz en laboratorios de ensayo y calibración*. Bogotá. ICONTEC 2010. ISBN 958-9383-47-5.

SEVERICHE Carlos Alberto, et al. Manual de métodos analíticos para la determinación de parámetros fisicoquímicos básicos en aguas. Cartagena, 2013. 101 p.

SUÁREZ, R. et al. (2009). Validación de un método analítico para la determinación de magne-sio eritrocitario. Avances en Química, 4(2), 53-62.

TP0211 Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales IDEAM. Alcalinidad potenciometría. 2005. p. 8

TP0087 Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales IDEAM. Demanda bioquímica de oxígeno – 5 días, incubación y electrometría. 2007. p. 13

W Horwitz, R Albert. The Horwitz ratio (HorRat): A useful index of method performance with respect to precision. Association of Analytical Chemistry, 89(4), 1095-1109 (2006).

8. ANEXOS

ANEXO A LISTA DE VERIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DE LA NTC-ISO/IEC17025 APLICADA AL LBA DE LABORATORIOS DEL VALLE

A continuación se presenta el cuestionario de auto-evaluación; las preguntas se presentan agrupadas por secciones, en un orden que, no coincidiendo con el de presentación de la norma, se ha considerado el más adecuado para efectos de la evaluación. En cada pregunta se indica, entre paréntesis, el apartado de la norma al que se refiere.

Las respuestas obtenidas con la aplicación de la lista de verificación se dieron según la siguiente descripción:

- SI: Cumplimiento del requisito
- NO: Ausencia del requisito
- DI: Sistemática **D**efinida documentalmente e **I**mplementada eficazmente.
- DNI: Sistemática **D**efinida documentalmente pero **No** Implementada eficazmente.
- NDA: Sistemática **No** Definida documentalmente pero existen **Actuaciones** que pretenden resolver la cuestión.
- NDNA: **No** se ha **D**efinido sistemática alguna **Ni** se realizan **Actuaciones** relativas a la cuestión.
- NA: **No** es de **A**plicación en el laboratorio.

Pregunta	Si	No	DI	DNI	NDA	NDNA	NA
ORGANIZACIÓN							
¿Está establecida en el Manual de Calidad la identidad jurídica del laboratorio? (4.1.1)		X					
¿Se dispone de documentos (escrituras de constitución, decreto de creación.) que definan la identidad legal del laboratorio?	X						
En el caso de que el laboratorio y/o la entidad matriz realicen actividades diferentes a las de ensayo y/o calibración, (4.1.4)							X
¿Se han identificado los posibles							X

conflictos de interés? (4.1.4)							
¿Se han adoptado las medidas adecuadas para evitar los conflictos de interés identificados? (4.1.4, NOTA 1)							X
¿Se han definido las responsabilidades del personal clave? (4.1.4)			X				
Ha establecido el laboratorio medidas para garantizar la confidencialidad de la información obtenida de los ensayos y/o calibraciones, incluido un compromiso formal por escrito de respetar dichas medidas? (4.1.5.c.)							X
¿Existe un organigrama actualizado del laboratorio y de la organización superior en que éste está situado? (4.1.5.e)			X				
¿Existen documentos que reflejen las funciones y responsabilidades de cada una de las personas que realizan actividades que afecten a la calidad de los ensayos, evitando los solapes y omisiones de responsabilidad? (4.1.5. f)					X		
¿Está definido quién asume la Dirección Técnica? (4.1.5.h)			X				
¿Ha definido la Dirección del laboratorio una persona responsable de la gestión del Sistema de Calidad implantado, con acceso a la Dirección? (4.1.5. i)						X	
¿Se han designado los sustitutos del personal clave? (4.1.5. j)		X					
¿Se ha asegurado la alta dirección 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? (4.1.6)		X					
SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD							
¿Describe el Manual de Calidad la estructura de la documentación del Sistema? (4.2.3)		X					
¿Abarca dicho Sistema a las unidades técnicas y actividades objeto de		X					

acreditación? (4.2.1)							
¿Se mantienen los documentos que describen el Sistema de acuerdo con la situación actual del laboratorio? (4.2.1 y 4.3.2.2 b)		X					
¿Están establecidas por escrito las políticas y objetivos del laboratorio en materia de calidad (4.2.2)						X	
¿Contiene la declaración de política de calidad la información mínima requerida en la norma?, y ¿está aprobada y firmada por persona con capacidad para ello? (4.2.2)						X	
¿Ha proporcionado la alta dirección evidencias del compromiso con el desarrollo y la implementación del sistema de gestión y con la mejora continua de su eficacia? (4.2.3)		X					
¿Ha comunicado la alta dirección a la organización la importancia de satisfacer tanto los requisitos del cliente como los legales y reglamentarios? (4.2.4)		X					
¿Se ha asegurado la alta dirección de que se mantiene la integridad del sistema de gestión cuando se planifican e implementan cambios en éste? (4.2.7)		X					
CONTROL DE LOS DOCUMENTOS							
¿Ha definido el laboratorio los documentos, tanto internos como externos, que deben estar sometidos a control, incluidos los documentos en soporte lógico? (4.3.1)					X		
¿Existe una lista de documentos en vigor? (4.3.2.1)						X	
¿Se ha implantado la utilización de listas de distribución de documentos controlados o un procedimiento equivalente? (4.3.2.1)						X	
¿Se ha designado el personal autorizado para llevar a cabo la revisión y aprobación de los distintos documentos?			X				

(4.3.2.1)							
¿Se retiran de su uso los documentos obsoletos? (4.3.2.2. c)				X			
¿Cumplen los documentos los requisitos mínimos en cuanto a forma, incluyendo: (4.3.2.3)				X			
- Identificación única	X						
- Fecha de emisión o número de revisión	X						
- Número de página	X						
- Total de páginas o marca final del documento	X						
- Responsable de la puesta en circulación		X					
¿Se ha establecido una sistemática para la modificación de documentos, incluidos los informáticos? (4.3.3)						X	
REVISIÓN DE SOLICITUDES, OFERTAS Y CONTRATOS							
¿Ha documentado el Laboratorio la sistemática para la revisión de solicitudes, ofertas y contratos? (4.4.1) Asegura esta sistemática que:						X	
- Se documentan e interpretan correctamente los requisitos del cliente		X					
- El laboratorio dispone de la capacidad y recursos necesarios		X					
- El método de ensayo o calibración seleccionado sea apropiado		X					
Antes de iniciar cualquier trabajo, ¿el laboratorio resuelve las diferencias entre la solicitud u oferta y el contrato? (4.4.1)						X	
¿Existe evidencia documental de la aceptación por el (o comunicación al) cliente de los términos del contrato? (4.4.1)						X	
¿Se mantiene registro de todas las revisiones y conversaciones con los clientes? (4.4.2)						X	

Si se producen desviaciones (de cualquier tipo) frente al contrato, ¿existen evidencias de que se ha informado al cliente y se ha obtenido su permiso? (4.4.4)							X	
SUBCONTRATACIÓN DE ENSAYOS Y CALIBRACIONES								
¿Están establecidos por escrito los criterios y la sistemática para realizar subcontratación? (4.5.1)							X	
- ¿Se ha establecido la necesidad de comunicar al cliente por escrito los ensayos y/o calibraciones que se subcontraten y de obtener su aceptación?		X						
- ¿Se ha establecido que el laboratorio asume la responsabilidad de los ensayos que se subcontraten?		X						
¿Se cumple el requisito de subcontratar los trabajos únicamente a laboratorios acreditados? (4.5.4)							X	
¿Se mantiene un registro de los subcontratistas utilizados? (4.5.4)				X				
¿Se identifican debidamente, en los informes, los ensayos subcontratados? (5.10.6)				X				
COMPRAS DE SERVICIOS Y SUMINISTROS								
¿Se ha documentado la sistemática para llevar a cabo la selección y adquisición de los servicios y suministros? ¿Dispone el laboratorio de procedimientos para la adquisición, recepción y almacenamiento de reactivos y materiales consumibles? (4.6.1)				X				
¿Existen evidencias de la revisión y aprobación técnica de los documentos de compras? (4.6.3)				X				
¿Se mantiene un registro de las inspecciones/ verificaciones realizadas a los suministros, reactivos y productos consumibles para comprobar que se							X	

cumplen los requisitos establecidos? (4.6.2)							
¿Dispone el laboratorio de un listado de los proveedores de consumibles, suministros y servicios críticos evaluados y aprobados así como registros de su evaluación? (4.6.4)				X			
SERVICIO AL CLIENTE							
¿El laboratorio ha obtenido información de retorno, tanto positiva como negativa, de sus clientes? (4.7.2)						X	
¿La información de retorno se utiliza y analiza para mejorar el sistema de gestión, las actividades de ensayo y calibración y el servicio al cliente? (4.7.2)						X	
QUEJAS							
¿Dispone el laboratorio de un procedimiento escrito para el tratamiento de las quejas? (4.8)		X					
¿Se registran éstas, las investigaciones llevadas a cabo y las acciones tomadas para su resolución? (4.8)		X					
CONTROL DE TRABAJOS DE ENSAYO/CALIBRACIÓN NO CONFORMES							
¿Se ha establecido una sistemática para la identificación y tratamiento de trabajo no conforme? (4.9.1 y 4.9.2)						X	
¿Se han designado a los responsables de llevar a cabo el tratamiento del trabajo no conforme así como de reanudar el trabajo? (4.9.1 a, 4.9.1 b y 4.9.1 e)						X	
En caso necesario, ¿se llevan a cabo acciones inmediatas? (4.9.1 c)						X	
En caso necesario, ¿se interrumpe el trabajo y se informa al cliente? (4.9.1 d)						X	
En su caso, ¿se inicia el proceso de tratamiento de acciones correctivas? (4.9.2)						X	
MEJORA							

¿El laboratorio hace 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 para mejorar continuamente la eficacia de su sistema de gestión? (4.10)		X					
ACCIONES CORRECTIVAS							
¿Se ha establecido una sistemática para la identificación y el tratamiento de No Conformidades y toma de acciones correctivas, que abarque a las no conformidades detectadas tanto en aspectos técnicos como de implantación del Sistema de Calidad? (4.11.1)						X	
¿Se lleva a cabo una investigación de las causas y consecuencias de estas No Conformidades? (4.11.2)						X	
¿Se registran las acciones correctivas, y se realiza un seguimiento de su eficacia e implantación? (4.11.3 y 4.11.4)						X	
¿Está prevista en el Sistema la posibilidad de realizar auditorías adicionales cuando sea necesario? (4.11.5)						X	
ACCIONES PREVENTIVAS							
¿Ha establecido el laboratorio la sistemática para la identificación de áreas de mejora o posibles fuentes de no conformidades, así como para establecer las medidas preventivas oportunas? (4.12.1)						X	
¿Se han detectado áreas de mejora o posibles fuentes de no conformidades? (4.12.1)		X					
¿Se han llevado a cabo las acciones preventivas necesarias? (4.12.1) y ¿Se ha llevado a cabo el control de su eficacia? (4.12.2)		X					

REGISTRO E INFORMES DE RESULTADOS							
¿Se ha establecido una sistemática para llevar a cabo adecuadamente la identificación, recogida, codificación, acceso, archivo, almacenamiento, mantenimiento y destrucción de los registros de calidad y técnicos? (4.13.1.1)						X	
¿Se han tomado las medidas adecuadas para evitar daños, deterioros, pérdidas y accesos indebidos? ¿son los registros fácilmente legibles y recuperables? (4.13.1.2. y 4.13.1.3.)						X	
Cuando el laboratorio produce registros en soportes electrónicos, ¿se han establecido las medidas para conservarlos protegidos contra manipulaciones, deterioros e impedir accesos indebidos?, ¿se hacen copias de seguridad periódicamente? (4.13.1.4)						X	
¿Se conservan los registros durante al menos 5 años? (4.13.2.1 y 4.13.2.1)						X	
¿Se conserva la información relativa a la preparación de objetos presentados a ensayo/ calibración que proceda? (4.13.2.1)				X			
En general, ¿es suficiente la información archivada como para permitir, en caso necesario, la repetición del ensayo/ calibración/ muestreo? (4.13.2.1)					X		
- Fecha de recepción del objetos de ensayo/calibración	X						
- Fecha de ensayo/calibración	X						
- Identificación de equipos utilizados	X						
- Personal que realiza	X						
- Personal que verifica si los resultados son correctos		X					
- Condiciones ambientales		X					

- Identificación y descripción del objeto de ensayo/calibración		X					
- Método de ensayo/ calibración/ muestreo	X						
- Datos y cálculos		X					
¿Es rastreable la información sobre un ensayo/ calibración a través de todos los registros disponibles del mismo? (4.13.2.2)				X			
¿Es adecuada la sistemática empleada para la realización de modificaciones en los registros, incluidos los informáticos? (4.13.2.3) (De modo que no se pierda ninguno de los datos primarios)						X	
AUDITORIAS INTERNAS							
¿Se ha establecido la necesidad de llevar a cabo auditorías internas anualmente y la sistemática para realizarlas? (4.14.1)						X	
¿Se llevan a cabo de acuerdo con el programa elaborado por el Responsable de Calidad? (4.14.1)						X	
¿Cubren dichas auditorías cada uno de los aspectos del Sistema de Calidad implantado incluyendo actividades de ensayos y calibración? (4.14.1)						X	
¿Se mantiene un registro de las áreas de actividad auditadas, de los resultados de la auditoría y de las acciones correctoras emprendidas? (4.14.3)						X	
¿Se lleva a cabo un adecuado seguimiento del actual estado de las desviaciones surgidas en auditorías anteriores? (4.14.4)						X	
¿Se distribuyen, a la Dirección del Laboratorio y a los responsables de las áreas auditadas, los resultados de las auditorías? (4.14)						X	
Cuándo los resultados de la auditoría ponen en duda la validez de los resultados de ensayo/ calibración, ¿se							X

han llevado a cabo las “acciones inmediatas” pertinentes y se ha informado a los clientes por escrito? (4.14.2)							
REVISIONES POR LA DIRECCIÓN							
¿Está establecida la necesidad de llevar a cabo revisiones del Sistema de Calidad y la sistemática para realizarlas? (4.15.1)						X	
¿Contiene dicha sistemática todos los aspectos necesarios? (4.15.1)		X					
- Informes del personal directivo y supervisor		X					
- Resultado de auditorías internas recientes		X					
- Acciones correctivas		X					
- Acciones preventivas		X					
- Auditorías realizadas por organismos externos		X					
- Resultados de intercomparaciones		X					
- Cambios en el volumen y el tipo de trabajo		X					
- Retorno de información de los clientes		X					
- Quejas		X					
- Recomendaciones para la mejora		X					
- Otros factores relevantes, como actividades de control de calidad, recursos y formación del personal		X					
- Basado en todo lo anterior, análisis sobre la idoneidad de las políticas y procedimientos		X					
¿Se llevan a cabo anualmente? (4.15.1 Nota 1)						X	
¿Participan los responsables en dichas						X	

revisiones (Dirección Ejecutiva del laboratorio)? (4.14.1)							
Como resultado de la revisión ¿se han establecido objetivos y planes de acción para el año siguiente? (4.15.1 Nota 2)						X	
¿Se conservan registros de dichas revisiones (actas de las reuniones, acciones a llevar a cabo, etc.) y son completos? (4.15.2)						X	
¿Se llevan a cabo las acciones acordadas según el plazo establecido? (4.15.2)		X					
PERSONAL							
¿Existen y están actualizadas las descripciones de los puestos de trabajo del personal? ¿Están establecidos los requisitos mínimos de conocimientos, experiencia, aptitudes y formación necesaria para desarrollar cada puesto de trabajo? (5.2.4)			X				
¿Se han designado responsables para las siguientes actividades?:					X		
- Control de documentación		X					
- Aprobación de contratos	X						
- Compras	X						
- Cierre de acciones correctoras		X					
- Formación		X					
- Aprobación y modificación de métodos		X					
- Muestreo							X
- Validación de métodos		X					
- Evaluación calidad de ensayos/calibraciones		X					
- Firma de informes/certificados		X					
¿Se ha establecido la sistemática para llevar a cabo la cualificación y				X			

autorización del personal? (5.2.1)							
¿Ha emitido el laboratorio las correspondientes autorizaciones para cada tipo de actividad? (5.2.5)						X	
¿Se ha establecido la sistemática para identificar necesidades de formación y para formar al personal? (5.2.2)						X	
¿Forma parte de la plantilla el personal clave? (5.2.3)						X	
¿Existe una relación contractual con el personal que no es de plantilla? (5.2.3)					X		
Existe una supervisión adecuada del personal en formación o que no es de plantilla? (5.2.1 y 5.2.3)						X	
¿Dispone el laboratorio de registros actualizados sobre cualificación, experiencia y formación del personal? (5.2.5)				X			
INSTALACIONES Y CONDICIONES AMBIENTALES							
¿Son adecuadas las instalaciones (incluyendo las auxiliares) al tipo de ensayo/ calibración y volumen de trabajo ejecutado? (5.3.1)				X			
¿Ha establecido el laboratorio un sistema de medida y control de tal forma que se garantice el mantenimiento de las condiciones ambientales preestablecidas? (5.3.1 y 5.3.2)						X	
En caso de ensayos/ calibraciones "in situ", ¿se ha establecido una sistemática que asegure el cumplimiento de los requisitos relativos a condiciones ambientales? (5.3.1)							X
Cuando sea necesario, ¿se conservan los registros relativos a las condiciones ambientales establecidas en los procedimientos? (5.3.2 y C 5.3.2)							X
¿Se toman las medidas oportunas en el caso de detectarse variaciones en las condiciones ambientales que pudieran poner en peligro el resultado de los							X

ensayos/ calibraciones? (5.3.2)							
En el caso de realizarse actividades incompatibles en distintas áreas del laboratorio, ¿se dispone de una separación efectiva que evite la contaminación cruzada? (5.3.3)							X
¿Existe control de acceso a las áreas que puedan influir en la calidad de los ensayos/ calibraciones? (5.3.4)					X		
MÉTODOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN VALIDACIÓN DE MÉTODOS							
¿Existe un listado de la documentación de que disponga el laboratorio para la realización de ensayos/ calibraciones (normas, procedimientos,...), incluyendo fecha y número de revisión?		X					
¿Dispone el laboratorio de procedimientos/ normas de ensayo/ calibración para todos los trabajos incluidos en el alcance de la acreditación solicitada? (5.4.1)						X	
¿Trabaja el laboratorio con la última versión de los procedimientos/ normas de ensayo/ calibración? (5.4.1)		X					
En caso negativo, ¿está justificado? (5.4.1)		X					
En el caso de trabajar con normas, ¿se ha establecido la sistemática para adecuar su forma de trabajo a las nuevas revisiones de las mismas? (5.4.2)						X	
En caso de ser necesario ¿ha elaborado el laboratorio procedimientos que cubran las carencias de los métodos? (ejemplo: interpretaciones, aclaraciones derivadas de la experiencia, de acuerdos interlaboratorio) (5.4.4)						X	
¿Contienen los procedimientos utilizados (incluyendo calibraciones internas) la información suficiente para permitir la correcta realización de los ensayos/						X	

calibraciones y su repetibilidad? (5.4.4)							
- Identificación apropiada		X					
- Campo de aplicación		X					
- Descripción del tipo de objeto sometido a ensayo/calibración		X					
- Parámetros o magnitudes y rangos por determinar		X					
- Aparatos, equipos y reactivos, incluyendo las especificaciones técnicas		X					
- Patrones de referencia y materiales de referencia necesarios		X					
- Condiciones ambientales requeridas. Periodos de estabilización		X					
- Descripción del procedimiento		X					
- Preparación de objetos a ensayar/calibrar		X					
- Colocación de marcas de identificación, transporte y almacenamiento		X					
- Controles previos		X					
- Preparación de equipos		X					
- Operaciones de ensayo/calibración		X					
- Método de registro de observaciones y resultados		X					
- Criterios de aceptación y rechazo		X					
- Datos que deban registrarse y método de cálculo y presentación		X					
- Incertidumbre o procedimiento de cálculo		X					
VALIDACIÓN							
¿Se ha establecido la sistemática (procedimiento de validación) para llevar						X	

a cabo la validación de los métodos? (5.4.5.2)							
¿Contempla dicha sistemática la necesidad de especificar “a priori” los requisitos que deben cumplir los métodos?		X					
¿Se ha llevado a cabo en todos los casos necesarios? (5.4.5.2)						X	
¿La validación ha sido suficientemente extensa teniendo en cuenta el campo de aplicación de los métodos? (5.4.5.2)						X	
¿Se conservan registros de todas las actividades realizadas? (5.4.5.2)		X					
ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDIDA							
¿Dispone el laboratorio de procedimientos adecuados para la estimación de la incertidumbre asociada a las calibraciones internas? (5.4.6.1)						X	
¿Dispone el laboratorio de procedimientos adecuados para la estimación de la incertidumbre de medida asociada a los resultados de los ensayos/ calibraciones a clientes? (5.4.6.1 y 5.4.6.2)						X	
¿Los valores de incertidumbre estimada son adecuados a las tolerancias propias de los resultados de los ensayos/ calibraciones? (5.4.6.2 NOTA 1)							X
¿La presentación de los resultados (por ejemplo en número de decimales) es coherente con la incertidumbre del ensayo/ calibración? (5.4.6.2 NOTA 1)		X					
CONTROL DE DATOS							
El software desarrollado por el laboratorio, ¿está correctamente validado? (5.4.7.2)						X	
El sistema empleado, ¿garantiza en todo momento la integridad y confidencialidad de los datos? (5.4.7.2)					X		
EQUIPOS							

¿Se dispone de un listado actualizado de los equipos, material auxiliar y de referencia de que dispone el laboratorio para la realización de los ensayos/calibraciones objeto de acreditación?		X					
¿Cuenta el laboratorio con los equipos y materiales necesarios para la ejecución de los ensayos/calibraciones? (5.5.1)	X						
¿Ha comprobado el laboratorio que los diseños, calidades y precisiones de los equipos y software son los establecidos en los métodos de ensayo/calibración? (5.5.2)						X	
En caso de utilizarse equipos o materiales alternativos, ¿existe un estudio comparativo? (5.5.2)						X	
En el caso de hacer uso de equipos no sujetos a su control permanente, ¿asegura el laboratorio que se cumplen siempre los requisitos de la norma? (5.5.1)						X	
¿Se han calibrado todos los equipos incluidos en el programa de calibración antes de su puesta en funcionamiento? (5.5.2)			X				
¿Se dispone de instrucciones actualizadas sobre el uso, manejo y transporte de los equipos y materiales de referencia que lo requieran, disponibles al personal del laboratorio? (5.4.1, 5.5.3, 5.5.6 y 5.6.3.4)				X			
¿Están identificados correctamente cada uno de los equipos y software utilizados para la realización de los ensayos/calibraciones? (5.5.4)			X				
¿Se han identificado mediante etiqueta o similar los equipos que requieren calibración para indicar su estado de calibración? (5.5.8)					X		
Si, en algún momento, algún equipo ha salido del control directo del laboratorio,							X

¿se dispone de evidencias de las operaciones de comprobación posteriores? (5.5.9)							
En caso necesario, ¿se dispone de procedimientos para la realización de controles intermedios entre calibraciones? (5.5.10)						X	
Se ha establecido un procedimiento para asegurar que la transferencia de los factores de corrección de los equipos se hace a todos los documentos necesarios, incluyendo el software? (5.5.11)						X	
¿Se han protegido contra ajustes incontrolados los equipos de ensayo/calibración? (5.5.12)						X	
En el caso de producirse ajustes, ¿se han calibrado los equipos (incluidos patrones de referencia) antes y después de los mismos? (5.6.3.1)						X	
¿Está previsto algún caso en que se puedan emplear los patrones de referencia como patrones de trabajo? (5.6.3.1)						X	
- En estos casos, ¿se puede demostrar que no se invalida su uso como patrones de referencia?		X					
Está definido e implantado el proceso a seguir en caso de detectarse equipos dañados y/o defectuosos, fuera de plazo de calibración, etc.? (5.5.7)						X	
- ¿Se limita su uso a menesteres adecuados, se identifica dicha situación y se ponen fuera de servicio?		X					
- ¿Se investigan las causas y posibles consecuencias de esta situación? (5.5.7 y 4.9)		X					
¿Se mantienen actualizados los registros necesarios de los equipos de medida y ensayo, software, equipos auxiliares, patrones, materiales de referencia y					X		

material fungible? (5.5.5)							
- Identificación		X					
- Fabricante		X					
- Modelo		X					
- Número de serie		X					
- Localización		X					
- Instrucciones del fabricante		X					
- Historial de mantenimiento, daños, averías, etc.		X					
- Historial de calibraciones, ajustes, etc.		X					
En los casos en que se juzgue necesario, ¿existen instrucciones escritas apropiadas para la correcta realización de las actividades de mantenimiento? (5.5.6)						X	
- ¿Se llevan a cabo dichas actividades de manera programada?							X
- ¿El programa incluye todos los equipos e instalaciones auxiliares que lo requieran?							X
- ¿Se conservan registros de las actividades de mantenimiento realizadas? (5.5.5 g)							X
TRAZABILIDAD DE LAS MEDIDAS							
¿Está establecida por escrito la sistemática general para llevar a cabo las actividades de calibración (plan de calibración)? (5.6.1 y 5.5.2)						X	
¿Es completo dicho plan (incluyendo equipos de ensayo/ calibración, calibración interna y muestreo)? (5.6.1)		X					
¿Se llevan a cabo dichas actividades de acuerdo a un programa preestablecido con intervalos de recalibración						X	

adecuados? (5.5.2 y 5.6.1)							
¿Se han establecido los criterios de aceptación y rechazo de los resultados de las calibraciones para cada uno de los equipos?						X	
En el caso de no requerirse calibración de los equipos, ¿ha demostrado el laboratorio de ensayo que el equipo utilizado puede proporcionar la incertidumbre de medida necesaria, compatible con esta falta de necesidad? (5.6.2.2.1)						X	
MANIPULACIÓN DE OBJETOS DE ENSAYO/CALIBRACIÓN							
En caso de que sea necesario, ¿dispone el laboratorio de procedimientos para el transporte, la recepción, la manipulación, la protección, el almacenamiento o la destrucción de los objetos de ensayo/calibración? (5.8.1)						X	
¿Se realiza una correcta identificación de los objetos de ensayo/ calibración y subdivisiones de forma que se evite la confusión entre objetos o la referencia a ellos en registros? (5.8.2)						X	
¿Se registran las anomalías o desviaciones de las condiciones de recepción de los objetos? (5.8.3)						X	
ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS DE ENSAYOS Y CALIBRACIONES INTERCOMPARACIONES							
¿Dispone el laboratorio de políticas y procedimientos que aseguren su participación en intercomparaciones cubriendo todas las familias de ensayos/calibraciones del alcance de acreditación? (5.9)						X	
¿Se participa periódicamente y de forma programada? ¿Cubre la programación todas las familias de ensayos/calibraciones? (C 5.9)						X	

¿Se ha establecido la sistemática y responsabilidades para evaluar los resultados obtenidos y tomar las acciones oportunas? (C 5.9.)							X	
- ¿Se Conservan registros de la evaluación por personal adecuado de los resultados obtenidos en las intercomparaciones?		X						
- ¿Se toman, en caso necesario, las medidas oportunas?		X						
CONTROL DE CALIDAD								
¿Se ha establecido la sistemática para llevar a cabo las actividades de control de calidad de los resultados de los ensayos/ calibraciones? (5.9)							X	
- ¿Se llevan a cabo periódicamente y de forma programada y eficaz dichas actividades?		X						
- ¿Cubre la programación la totalidad de los ensayos/calibraciones o familias de ensayos?		X						
- ¿Se registran, adecuadamente, los datos obtenidos?		X						
- ¿Se utiliza la información obtenida de estas actividades?		X						
INFORME DE RESULTADOS								
¿Cumplen los informes emitidos los requisitos mínimos en cuanto a contenido? (5.10)							X	
- Nombre y dirección del laboratorio		X						
- Lugar (si es diferente del laboratorio)								X
- Identificación del informe y paginado		X						
- Nombre y dirección del cliente		X						
- Identificación del método		X						

- Descripción e identificación del objeto		X					
- Fecha de recepción		X					
- Fecha de ensayo/calibración		X					
- Resultados		X					
- Nombre, cargo del firmante		X					
- Desviaciones al procedimiento		X					
- Declaración de incertidumbres, si aplica (5.10.3.1)		X					
- Condiciones ambientales, si aplica							X
- Declaración de incertidumbre		X					
- Declaración de solo objeto de ensayo		X					
- Declaración de conformidad, si aplica							X
- Información adicional, si procede		X					
- Procedimiento de muestreo							X
- Fecha de muestreo							X
- Identificación de objeto de muestreo							X
- Lugar de muestreo							X
- Condiciones ambientales, si aplica							X
- Desviaciones al método, si procede							X
¿Son dichos informes acordes con los datos tomados durante su realización, claros, concisos y fácilmente comprensibles para el destinatario final?. (5.10.1)		X					
Cuando se producen desviaciones al método ¿están documentadas, justificadas, autorizadas por el responsable y aceptadas por el cliente?						X	

(5.4.1)							
En caso de emitir informes/ certificados simplificados, ¿está la información completa disponible? (5.10.1)							X
¿Ha diseñado el laboratorio un formato adecuado para cada tipo de ensayo/ calibración? (5.10.8)						X	
¿Está establecida una sistemática adecuada para llevar a cabo, en caso necesario, modificaciones a informes/ certificados ya emitidos? (5.10.9)						X	
En caso de realizar transmisión electrónica de resultados, ¿se ha definido una sistemática que garantice la integridad y confidencialidad de la información? (4.1.5, 5.4.7 y 5.10.7)						X	
En caso de que el laboratorio emita certificados de calibración que contengan declaración de cumplimiento con especificaciones, ¿se cumplen los requisitos del apartado 5.10.4.2?							X
En caso de que el laboratorio haya justificado que ensaya/ calibra con respecto a revisiones obsoletas de las normas, ¿indica en los informes/ certificados que esa edición no corresponde a la última versión publicada? (5.10.2 e)							X

ANEXO B

PLAN DE ACCIÓN PARA LA IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BASADO EN LOS REQUISITOS DE LA NTC-ISO/IEC 17025 EN EL LBA DE LABORATORIOS DEL VALLE

PLAN DE ACCIÓN		
Numeral	Acción	Responsable
4.1.1	Elaborar un Manual de Calidad dentro del cual se especifique que el LBA hace parte de Laboratorios del Valle que es una entidad legalmente constituida.	Pasantes de química
4.1.5	Elaborar un documento en el que se establezca la estructura organizativa del Laboratorio donde se definan las actividades y responsabilidades del personal que interviene en la realización de los análisis fisicoquímicos en aguas o en cualquier otra actividad que pueda interferir en la calidad de los mismos.	Alta gerencia
4.1.5	Elaborar un documento en el que el personal clave se comprometa a realizar sus actividades de manera integral, con imparcialidad, asegurando la confidencialidad de la información, así como su transmisión y almacenamiento.	Pasantes de química
4.1.5	Crear un Comité de Acreditación para apoyar la implementación del Sistema de Gestión basado en los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025	Alta gerencia
	Programar capacitaciones dirigidas a todo el personal de Laboratorios del Valle con el fin de dar a conocer la pertinencia e importancia que tienen las actividades (lugar y funciones) de cada empleado dentro de toda la organización.	Pasantes de química
4.2.2	Crear la política y los objetivos de calidad e incluirlos en el Manual de Calidad. Además de establecer una declaración de la política de calidad, donde se crea un compromiso por parte de la Dirección del Laboratorio con la calidad de los análisis fisicoquímicos de aguas y con el cumplimiento de la normativa.	Pasantes de química
4.2.4	Programar una capacitación bajo la responsabilidad de la Dirección del Laboratorio para comunicar a la organización la importancia de	Alta gerencia

	satisfacer tanto los requisitos del cliente como los legales y reglamentarios.	
4.3	Crear un procedimiento de elaboración y control de documentos en el que se incluya la sistemática para la identificación y el retiro de los archivos obsoletos.	Coordinador de calidad
4.4.1	Documentar la sistemática para la revisión de solicitudes, ofertas y contratos	Área administrativa
4.4.2	Crear un formato para registrar todas las revisiones y conversaciones con los clientes	Área administrativa
4.5.1	Crear un procedimiento en el cual se establezcan los criterios y la sistemática para realizar la subcontratación de ensayos, sin embargo el Laboratorio no subcontrata los ensayos que son objetivo de la acreditación.	Área administrativa
4.5.4	Mantener un registro de los laboratorios subcontratados que incluya evidencias de su cumplimiento con la NTC-ISO/IEC 17025.	Área administrativa
4.6.1	Elaborar una política de selección y compra de servicios y suministros clave	Área administrativa
4.6.4	Mantener un registro de control y evaluación a los proveedores de servicios y suministros clave	Área administrativa
4.7.2	Crear encuestas dirigidas a los clientes	Pasantes de química
4.7.2	Crear un buzón en el que los cliente puedan depositar sus quejas, reclamos y sugerencias	Área de mantenimiento
4.8	Crear un procedimiento de atención de quejas	Coordinador de calidad
4.9	Crear un procedimiento para trabajos no conformes	Coordinador de calidad
4.10	Crear un procedimiento de mejoramiento continuo	Coordinador de calidad
4.11.1	Crear un procedimiento para designar a los responsables de emprender acciones correctivas en caso de detectarse trabajos no conformes	Coordinador de calidad
4.11.2	Establecer la forma de determinar las causas de los trabajos no conformes detectados y en función de los mismos, la idoneidad de las acciones correctivas que evitarán su repetición.	Coordinador de calidad
4.12.1	Crear una sistemática para identificar las áreas de posibles fuentes de no conformidades, así como para establecer las medidas preventivas	Coordinador de calidad

	oportunas.	
4.12.1	Crear un formato en el que se registren las aplicaciones de las acciones preventivas con el fin de evaluar su eficacia.	Coordinador de calidad
4.13	Crear un procedimiento para el control de los documentos que permita realizar la identificación, codificación, recopilación, almacenamiento y disposición de los registros de calidad y técnicos.	Coordinador de calidad
4.14.1	Elaborar un cronograma de auditorías internas	Alta gerencia
4.14.1	Crear un procedimiento para realizar auditorías internas con el fin de verificar el cumplimiento continuo de los requisitos del Sistema de Gestión de Calidad.	Alta gerencia
4.15	Crear un procedimiento para realizar las revisiones del Sistema de Gestión de Calidad por parte de la Dirección del Laboratorio	Alta gerencia
5.2	Crear un procedimiento para realizar contrataciones de personal	Recursos humanos
5.2	Crear un formulario para evaluar al persona	Recursos humanos
5.2.2	Programar capacitaciones periódicas con sus respectivas evaluaciones al personal	Recursos humanos
5.3.2	Crear un formato en el que se haga seguimiento diario o semanal a las condiciones ambientales del Laboratorio	Pasantes de química
5.3.2	Crear un manual para la disposición de los residuos peligrosos	Pasantes de química
5.3.2	Crear un manual de seguridad química en el que se establezcan las condiciones ambientales requeridas para los análisis fisicoquímicos en aguas	Pasantes de química
5.3.3.	Limitar el acceso a las áreas de análisis y manipulación de los objetos de ensayo	Pasantes de química
5.3.5	Crear un procedimiento para realizar la correcta limpieza y desinfección de los equipos dentro del Laboratorio.	Pasantes de química
5.4	Revisar los procedimientos de los métodos utilizados en el laboratorio para verificar que se aplique la versión más actualizada de las publicaciones nacionales o internacionales	Pasantes de química
5.4.1	Unificar todos los procedimientos de operación estándar para el análisis fisicoquímico de aguas	Pasantes de química

	con el fin de que todos los documentos cuenten con la información necesaria para realizar los análisis	
5.4.1	Crear una lista con todos los análisis ofrecidos por el Laboratorio con sus respectivos método y técnica utilizados	Pasantes de química
5.4.5	Crear un procedimiento de validación de parámetros fisicoquímicos	Pasantes de química
5.4.5	Validar los métodos de los parámetros que son objeto de acreditación	Pasantes de química
5.4.5	Crear los informes de validación correspondientes a los parámetros objeto de acreditación	Pasantes de química
5.4.5	Elaborar cartas de control para los parámetros objeto de acreditación	Analista fisicoquímico
5.4.6.2	Crear un procedimiento operativo estándar para el cálculo de la incertidumbre de la medida	Analista fisicoquímico
5.4.6.3	Estimar la incertidumbre de los parámetros objeto de acreditación.	Analista fisicoquímico
5.4.7.1	Crear un formato para registrar los resultados de los análisis fisicoquímicos de aguas	Pasantes de química
5.4.7.2	Crear un procedimiento para mantener la integridad y confidencialidad de los datos tanto físicos como electrónicos	Pasantes de química
5.5.1	Realizar un inventario de los equipos del Laboratorio	Pasantes de química
5.5.3	Elaborar instructivos para el manejo adecuado de cada equipo del Laboratorio	Pasantes de química
5.5.3	Disponer de todos los manuales de operación de los equipos	Pasantes de química
5.5.4	Codificar los equipos con una identificación única, marca, modelo, número de serie y el historial de calibraciones	Área de metrología
5.5.5	Elaborar formatos que permitan el control de los ajustes realizados a cada equipo antes de su uso.	Pasantes de química
5.5.8	Enviar los equipos usados en el análisis de los parámetros objeto de acreditación a un laboratorio acreditado para realizar la calibración de los mismos y contar con los correspondientes certificados de calibración	Alta gerencia
5.5.8	Programar calibraciones periódicas de los equipos	Área de metrología
5.6	Crear formatos e instructivos que hagan parte de	Pasantes de

	una cadena de custodia con el fin de documentar todas las actividades que se realizan sobre el objeto de análisis desde el muestreo hasta la entrega del informe de resultados	química
5.6.3.2	Utilizar materiales de referencia certificados	Analista fisicoquímico
5.6	Realizar un inventario de los reactivos que tiene el Laboratorio	Pasantes de química
5.8.1	Crear procedimientos para el transporte, la recepción, la manipulación, la protección, el almacenamiento o la destrucción de los objetos de ensayo que a su vez hacen parte de la cadena de custodia	Pasantes de química
5.8.2	Elaborar un rótulo para la identificación de los objetos de ensayo	Pasantes de química
5.9.1	Participar en comparaciones interlaboratorio	Analista fisicoquímico
5.9.1	Crear un procedimiento para analizar los resultados de las comparaciones interlaboratorio	Analista fisicoquímico
5.9.1	Crear procedimientos para realizar el control de calidad de los resultados de análisis fisicoquímicos en aguas	Pasantes de química
5.9.2	Realizar un seguimiento de la validez de los análisis fisicoquímicos en aguas	Director técnico
5.9	Establecer las herramientas estadísticas para el tratamiento de los resultados de la validación de métodos y de los análisis fisicoquímicos en aguas	Pasantes de química
5.10	Crear un formato de informe de resultados que contenga los ítems que exige la NTC-ISO/IEC 17025	Pasantes de química

ANEXO C

LISTA DE VERIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DE LA NTC-ISO/IEC17025 APLICADA AL LBA DE LABORATORIOS DEL VALLE AL FINALIZAR LA PRÁCTICA

A continuación se presentan los resultados de la lista de verificación aplicada al LBA al finalizar esta práctica en la empresa Laboratorios del Valle; el cuestionario corresponde a la misma lista de verificación utilizada para realizar el diagnóstico de la situación inicial del LBA. Esto se hace con el único objetivo de tener un mismo punto de comparación entre las condiciones iniciales en las que se encontraba el Laboratorio y las condiciones actuales producto de la implementación del Sistema de Gestión de Calidad basado en la NTC-ISO/IEC 17025 y no constituye una auditoría formal al no ser aplicada por una persona con la competencia profesional para realizarla.

Las respuestas obtenidas con la aplicación de la lista de verificación se dieron según la siguiente descripción:

- SI: Cumplimiento del requisito
- NO: Ausencia del requisito
- DI: Sistemática **D**efinida documentalmente e **I**mplementada eficazmente.
- DNI: Sistemática **D**efinida documentalmente pero **No** Implementada eficazmente.
- NDA: Sistemática **No** **D**efinida documentalmente pero existen **A**ctuaciones que pretenden resolver la cuestión.
- NDNA: **No** se ha **D**efinido sistemática alguna **Ni** se realizan **A**ctuaciones relativas a la cuestión.
- NA: **No** es de **A**plicación en el laboratorio.

Pregunta	Si	No	DI	DNI	NDA	NDNA	NA
ORGANIZACIÓN							
¿Está establecida en el Manual de Calidad la identidad jurídica del laboratorio? (4.1.1)	X						
¿Se dispone de documentos (escrituras de constitución, decreto de creación.) que definan la identidad legal del laboratorio?	X						

En el caso de que el laboratorio y/o la entidad matriz realicen actividades diferentes a las de ensayo y/o calibración, (4.1.4)								X
¿Se han identificado los posibles conflictos de interés? (4.1.4)								X
¿Se han adoptado las medidas adecuadas para evitar los conflictos de interés identificados? (4.1.4, NOTA 1)								X
¿Se han definido las responsabilidades del personal clave? (4.1.4)			X					
Ha establecido el laboratorio medidas para garantizar la confidencialidad de la información obtenida de los ensayos y/o calibraciones, incluido un compromiso formal por escrito de respetar dichas medidas? (4.1.5.c.)								X
¿Existe un organigrama actualizado del laboratorio y de la organización superior en que éste está situado? (4.1.5.e)			X					
¿Existen documentos que reflejen las funciones y responsabilidades de cada una de las personas que realizan actividades que afecten a la calidad de los ensayos, evitando los solapes y omisiones de responsabilidad? (4.1.5. f)			X					
¿Está definido quién asume la Dirección Técnica? (4.1.5.h)			X					
¿Ha definido la Dirección del laboratorio una persona responsable de la gestión del Sistema de Calidad implantado, con acceso a la Dirección? (4.1.5. i)			X					
¿Se han designado los sustitutos del personal clave? (4.1.5. j)	X							
¿Se ha asegurado la alta dirección 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? (4.1.6)	X							
SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD								

¿Describe el Manual de Calidad la estructura de la documentación del Sistema? (4.2.3)	X						
¿Abarca dicho Sistema a las unidades técnicas y actividades objeto de acreditación? (4.2.1)	X						
¿Se mantienen los documentos que describen el Sistema de acuerdo con la situación actual del laboratorio? (4.2.1 y 4.3.2.2 b)	X						
¿Están establecidas por escrito las políticas y objetivos del laboratorio en materia de calidad (4.2.2)			X				
¿Contiene la declaración de política de calidad la información mínima requerida en la norma?, y ¿está aprobada y firmada por persona con capacidad para ello? (4.2.2)			X				
¿Ha proporcionado la alta dirección evidencias del compromiso con el desarrollo y la implementación del sistema de gestión y con la mejora continua de su eficacia? (4.2.3)	X						
¿Ha comunicado la alta dirección a la organización la importancia de satisfacer tanto los requisitos del cliente como los legales y reglamentarios? (4.2.4)	X						
¿Se ha asegurado la alta dirección de que se mantiene la integridad del sistema de gestión cuando se planifican e implementan cambios en éste? (4.2.7)	X						
CONTROL DE LOS DOCUMENTOS							
¿Ha definido el laboratorio los documentos, tanto internos como externos, que deben estar sometidos a control, incluidos los documentos en soporte lógico? (4.3.1)			X				
¿Existe una lista de documentos en vigor? (4.3.2.1)			X				
¿Se ha implantado la utilización de listas de distribución de documentos			X				

controlados o un procedimiento equivalente? (4.3.2.1)							
¿Se ha designado el personal autorizado para llevar a cabo la revisión y aprobación de los distintos documentos? (4.3.2.1)			X				
¿Se retiran de su uso los documentos obsoletos? (4.3.2.2. c)			X				
¿Cumplen los documentos los requisitos mínimos en cuanto a forma, incluyendo: (4.3.2.3)			X				
- Identificación única	X						
- Fecha de emisión o número de revisión	X						
- Número de página	X						
- Total de páginas o marca final del documento	X						
- Responsable de la puesta en circulación	X						
¿Se ha establecido una sistemática para la modificación de documentos, incluidos los informáticos? (4.3.3)			X				
REVISIÓN DE SOLICITUDES, OFERTAS Y CONTRATOS							
¿Ha documentado el Laboratorio la sistemática para la revisión de solicitudes, ofertas y contratos? (4.4.1) Asegura esta sistemática que:			X				
- Se documentan e interpretan correctamente los requisitos del cliente	X						
- El laboratorio dispone de la capacidad y recursos necesarios	X						
- El método de ensayo o calibración seleccionado sea apropiado	X						
Antes de iniciar cualquier trabajo, ¿el laboratorio resuelve las diferencias entre la solicitud u oferta y el contrato? (4.4.1)			X				
¿Existe evidencia documental de la aceptación por el (o comunicación al) cliente de los términos del contrato?			X				

(4.4.1)							
¿Se mantiene registro de todas las revisiones y conversaciones con los clientes? (4.4.2)			X				
Si se producen desviaciones (de cualquier tipo) frente al contrato, ¿existen evidencias de que se ha informado al cliente y se ha obtenido su permiso? (4.4.4)			X				
SUBCONTRATACIÓN DE ENSAYOS Y CALIBRACIONES							
¿Están establecidos por escrito los criterios y la sistemática para realizar subcontratación? (4.5.1)			X				
- ¿Se ha establecido la necesidad de comunicar al cliente por escrito los ensayos y/o calibraciones que se subcontraten y de obtener su aceptación?	X						
- ¿Se ha establecido que el laboratorio asume la responsabilidad de los ensayos que se subcontraten?	X						
¿Se cumple el requisito de subcontratar los trabajos únicamente a laboratorios acreditados? (4.5.4)			X				
¿Se mantiene un registro de los subcontratistas utilizados? (4.5.4)			X				
¿Se identifican debidamente, en los informes, los ensayos subcontratados? (5.10.6)			X				
COMPRAS DE SERVICIOS Y SUMINISTROS							
¿Se ha documentado la sistemática para llevar a cabo la selección y adquisición de los servicios y suministros? ¿Dispone el laboratorio de procedimientos para la adquisición, recepción y almacenamiento de reactivos y materiales consumibles? (4.6.1)			X				
¿Existen evidencias de la revisión y aprobación técnica de los documentos			X				

de compras? (4.6.3)							
¿Se mantiene un registro de las inspecciones/ verificaciones realizadas a los suministros, reactivos y productos consumibles para comprobar que se cumplen los requisitos establecidos? (4.6.2)				X			
¿Dispone el laboratorio de un listado de los proveedores de consumibles, suministros y servicios críticos evaluados y aprobados así como registros de su evaluación? (4.6.4)			X				
SERVICIO AL CLIENTE							
¿El laboratorio ha obtenido información de retorno, tanto positiva como negativa, de sus clientes? (4.7.2)			X				
¿La información de retorno se utiliza y analiza para mejorar el sistema de gestión, las actividades de ensayo y calibración y el servicio al cliente? (4.7.2)				X			
QUEJAS							
¿Dispone el laboratorio de un procedimiento escrito para el tratamiento de las quejas? (4.8)	X						
¿Se registran éstas, las investigaciones llevadas a cabo y las acciones tomadas para su resolución? (4.8)	X						
CONTROL DE TRABAJOS DE ENSAYO/CALIBRACIÓN NO CONFORMES							
¿Se ha establecido una sistemática para la identificación y tratamiento de trabajo no conforme? (4.9.1 y 4.9.2)			X				
¿Se han designado a los responsables de llevar a cabo el tratamiento del trabajo no conforme así como de reanudar el trabajo? (4.9.1 a, 4.9.1 b y 4.9.1 e)			X				
En caso necesario, ¿se llevan a cabo acciones inmediatas? (4.9.1 c)			X				
En caso necesario, ¿se interrumpe el			X				

trabajo y se informa al cliente? (4.9.1 d)							
En su caso, ¿se inicia el proceso de tratamiento de acciones correctivas? (4.9.2)			X				
MEJORA							
¿El laboratorio hace 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 para mejorar continuamente la eficacia de su sistema de gestión? (4.10)			X				
ACCIONES CORRECTIVAS							
¿Se ha establecido una sistemática para la identificación y el tratamiento de No Conformidades y toma de acciones correctivas, que abarque a las no conformidades detectadas tanto en aspectos técnicos como de implantación del Sistema de Calidad? (4.11.1)			X				
¿Se lleva a cabo una investigación de las causas y consecuencias de estas No Conformidades? (4.11.2)			X				
¿Se registran las acciones correctivas, y se realiza un seguimiento de su eficacia e implantación? (4.11.3 y 4.11.4)			X				
¿Está prevista en el Sistema la posibilidad de realizar auditorías adicionales cuando sea necesario? (4.11.5)			X				
ACCIONES PREVENTIVAS							
¿Ha establecido el laboratorio la sistemática para la identificación de áreas de mejora o posibles fuentes de no conformidades, así como para establecer las medidas preventivas oportunas? (4.12.1)			X				
¿Se han detectado áreas de mejora o	X						

posibles fuentes de no conformidades? (4.12.1)							
¿Se han llevado a cabo las acciones preventivas necesarias? (4.12.1) y ¿Se ha llevado a cabo el control de su eficacia? (4.12.2)	X						
REGISTRO E INFORMES DE RESULTADOS							
¿Se ha establecido una sistemática para llevar a cabo adecuadamente la identificación, recogida, codificación, acceso, archivo, almacenamiento, mantenimiento y destrucción de los registros de calidad y técnicos? (4.13.1.1)			X				
¿Se han tomado las medidas adecuadas para evitar daños, deterioros, pérdidas y accesos indebidos? ¿son los registros fácilmente legibles y recuperables? (4.13.1.2. y 4.13.1.3.)			X				
Cuando el laboratorio produce registros en soportes electrónicos, ¿se han establecido las medidas para conservarlos protegidos contra manipulaciones, deterioros e impedir accesos indebidos?, ¿se hacen copias de seguridad periódicamente? (4.13.1.4)				X			
¿Se conservan los registros durante al menos 5 años? (4.13.2.1 y 4.13.2.1)			X				
¿Se conserva la información relativa a la preparación de objetos presentados a ensayo/ calibración que proceda? (4.13.2.1)			X				
En general, ¿es suficiente la información archivada como para permitir, en caso necesario, la repetición del ensayo/ calibración/ muestreo? (4.13.2.1)			X				
- Fecha de recepción del objetos de ensayo/calibración	X						
- Fecha de ensayo/calibración	X						
- Identificación de equipos utilizados	X						

- Personal que realiza	X						
- Personal que verifica si los resultados son correctos	X						
- Condiciones ambientales	X						
- Identificación y descripción del objeto de ensayo/calibración	X						
- Método de ensayo/ calibración/ muestreo	X						
- Datos y cálculos	X						
¿Es rastreable la información sobre un ensayo/ calibración a través de todos los registros disponibles del mismo? (4.13.2.2)			X				
¿Es adecuada la sistemática empleada para la realización de modificaciones en los registros, incluidos los informáticos? (4.13.2.3) (De modo que no se pierda ninguno de los datos primarios)				X			
AUDITORIAS INTERNAS							
¿Se ha establecido la necesidad de llevar a cabo auditorías internas anualmente y la sistemática para realizarlas? (4.14.1)			X				
¿Se llevan a cabo de acuerdo con el programa elaborado por el Responsable de Calidad? (4.14.1)			X				
¿Cubren dichas auditorías cada uno de los aspectos del Sistema de Calidad implantado incluyendo actividades de ensayos y calibración? (4.14.1)				X			
¿Se mantiene un registro de las áreas de actividad auditadas, de los resultados de la auditoría y de las acciones correctoras emprendidas? (4.14.3)				X			
¿Se lleva a cabo un adecuado seguimiento del actual estado de las desviaciones surgidas en auditorías anteriores? (4.14.4)				X			
¿Se distribuyen, a la Dirección del				X			

Laboratorio y a los responsables de las áreas auditadas, los resultados de las auditorías? (4.14)							
Cuándo los resultados de la auditoría ponen en duda la validez de los resultados de ensayo/ calibración, ¿se han llevado a cabo las “acciones inmediatas” pertinentes y se ha informado a los clientes por escrito? (4.14.2)							X
REVISIONES POR LA DIRECCIÓN							
¿Está establecida la necesidad de llevar a cabo revisiones del Sistema de Calidad y la sistemática para realizarlas? (4.15.1)			X				
¿Contiene dicha sistemática todos los aspectos necesarios? (4.15.1)	X						
- Informes del personal directivo y supervisor	X						
- Resultado de auditorías internas recientes	X						
- Acciones correctivas	X						
- Acciones preventivas	X						
- Auditorías realizadas por organismos externos	X						
- Resultados de intercomparaciones	X						
- Cambios en el volumen y el tipo de trabajo	X						
- Retorno de información de los clientes	X						
- Quejas	X						
- Recomendaciones para la mejora	X						
- Otros factores relevantes, como actividades de control de calidad, recursos y formación del personal	X						
- Basado en todo lo anterior, análisis sobre la idoneidad de las	X						

políticas y procedimientos							
¿Se llevan a cabo anualmente? (4.15.1 Nota 1)				X			
¿Participan los responsables en dichas revisiones (Dirección Ejecutiva del laboratorio)? (4.14.1)				X			
Como resultado de la revisión ¿se han establecido objetivos y planes de acción para el año siguiente? (4.15.1 Nota 2)				X			
¿Se conservan registros de dichas revisiones (actas de las reuniones, acciones a llevar a cabo, etc.) y son completos? (4.15.2)				X			
¿Se llevan a cabo las acciones acordadas según el plazo establecido? (4.15.2)		X					
PERSONAL							
¿Existen y están actualizadas las descripciones de los puestos de trabajo del personal? ¿Están establecidos los requisitos mínimos de conocimientos, experiencia, aptitudes y formación necesaria para desarrollar cada puesto de trabajo? (5.2.4)				X			
¿Se han designado responsables para las siguientes actividades?:				X			
- Control de documentación	X						
- Aprobación de contratos	X						
- Compras	X						
- Cierre de acciones correctoras	X						
- Formación	X						
- Aprobación y modificación de métodos	X						
- Muestreo							X
- Validación de métodos	X						

- Evaluación calidad de ensayos/calibraciones	X						
- Firma de informes/certificados	X						
¿Se ha establecido la sistemática para llevar a cabo la cualificación y autorización del personal? (5.2.1)			X				
¿Ha emitido el laboratorio las correspondientes autorizaciones para cada tipo de actividad? (5.2.5)			X				
¿Se ha establecido la sistemática para identificar necesidades de formación y para formar al personal? (5.2.2)			X				
¿Forma parte de la plantilla el personal clave? (5.2.3)			X				
¿Existe una relación contractual con el personal que no es de plantilla? (5.2.3)			X				
Existe una supervisión adecuada del personal en formación o que no es de plantilla? (5.2.1 y 5.2.3)			X				
¿Dispone el laboratorio de registros actualizados sobre cualificación, experiencia y formación del personal? (5.2.5)			X				
INSTALACIONES Y CONDICIONES AMBIENTALES							
¿Son adecuadas las instalaciones (incluyendo las auxiliares) al tipo de ensayo/ calibración y volumen de trabajo ejecutado? (5.3.1)			X				
¿Ha establecido el laboratorio un sistema de medida y control de tal forma que se garantice el mantenimiento de las condiciones ambientales preestablecidas? (5.3.1 y 5.3.2)			X				
En caso de ensayos/ calibraciones "in situ", ¿se ha establecido una sistemática que asegure el cumplimiento de los requisitos relativos a condiciones ambientales? (5.3.1)							X
Cuando sea necesario, ¿se conservan los registros relativos a las condiciones ambientales establecidas en los							X

procedimientos? (5.3.2 y C 5.3.2)							
¿Se toman las medidas oportunas en el caso de detectarse variaciones en las condiciones ambientales que pudieran poner en peligro el resultado de los ensayos/ calibraciones? (5.3.2)							X
En el caso de realizarse actividades incompatibles en distintas áreas del laboratorio, ¿se dispone de una separación efectiva que evite la contaminación cruzada? (5.3.3)							X
¿Existe control de acceso a las áreas que puedan influir en la calidad de los ensayos/ calibraciones? (5.3.4)			X				
MÉTODOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN VALIDACIÓN DE MÉTODOS							
¿Existe un listado de la documentación de que disponga el laboratorio para la realización de ensayos/ calibraciones (normas, procedimientos,...), incluyendo fecha y número de revisión?	X						
¿Dispone el laboratorio de procedimientos/ normas de ensayo/ calibración para todos los trabajos incluidos en el alcance de la acreditación solicitada? (5.4.1)			X				
¿Trabaja el laboratorio con la última versión de los procedimientos/ normas de ensayo/ calibración? (5.4.1)	X						
En caso negativo, ¿está justificado? (5.4.1)							X
En el caso de trabajar con normas, ¿se ha establecido la sistemática para adecuar su forma de trabajo a las nuevas revisiones de las mismas? (5.4.2)			X				
En caso de ser necesario ¿ha elaborado el laboratorio procedimientos que cubran las carencias de los métodos? (ejemplo: interpretaciones, aclaraciones derivadas de la experiencia, de acuerdos			X				

interlaboratorio) (5.4.4)							
¿Contienen los procedimientos utilizados (incluyendo calibraciones internas) la información suficiente para permitir la correcta realización de los ensayos/calibraciones y su repetibilidad? (5.4.4)			X				
- Identificación apropiada	X						
- Campo de aplicación	X						
- Descripción del tipo de objeto sometido a ensayo/calibración	X						
- Parámetros o magnitudes y rangos por determinar	X						
- Aparatos, equipos y reactivos, incluyendo las especificaciones técnicas	X						
- Patrones de referencia y materiales de referencia necesarios	X						
- Condiciones ambientales requeridas. Periodos de estabilización	X						
- Descripción del procedimiento	X						
- Preparación de objetos a ensayar/calibrar	X						
- Colocación de marcas de identificación, transporte y almacenamiento	X						
- Controles previos	X						
- Preparación de equipos	X						
- Operaciones de ensayo/calibración	X						
- Método de registro de observaciones y resultados	X						
- Criterios de aceptación y rechazo	X						
- Datos que deban registrarse y método de cálculo y presentación	X						

- Incertidumbre o procedimiento de cálculo		X					
VALIDACIÓN							
¿Se ha establecido la sistemática (procedimiento de validación) para llevar a cabo la validación de los métodos? (5.4.5.2)			X				
¿Contempla dicha sistemática la necesidad de especificar “a priori” los requisitos que deben cumplir los métodos?	X						
¿Se ha llevado a cabo en todos los casos necesarios? (5.4.5.2)				X			
¿La validación ha sido suficientemente extensa teniendo en cuenta el campo de aplicación de los métodos? (5.4.5.2)			X				
¿Se conservan registros de todas las actividades realizadas? (5.4.5.2)	X						
ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDIDA							
¿Dispone el laboratorio de procedimientos adecuados para la estimación de la incertidumbre asociada a las calibraciones internas? (5.4.6.1)				X			
¿Dispone el laboratorio de procedimientos adecuados para la estimación de la incertidumbre de medida asociada a los resultados de los ensayos/ calibraciones a clientes? (5.4.6.1 y 5.4.6.2)				X			
¿Los valores de incertidumbre estimada son adecuados a las tolerancias propias de los resultados de los ensayos/ calibraciones? (5.4.6.2 NOTA 1)							X
¿La presentación de los resultados (por ejemplo en número de decimales) es coherente con la incertidumbre del ensayo/ calibración? (5.4.6.2 NOTA 1)		X					
CONTROL DE DATOS							
El software desarrollado por el laboratorio, ¿está correctamente			X				

validado? (5.4.7.2)							
El sistema empleado, ¿garantiza en todo momento la integridad y confidencialidad de los datos? (5.4.7.2)			X				
EQUIPOS							
¿Se dispone de un listado actualizado de los equipos, material auxiliar y de referencia de que dispone el laboratorio para la realización de los ensayos/calibraciones objeto de acreditación?	X						
¿Cuenta el laboratorio con los equipos y materiales necesarios para la ejecución de los ensayos/calibraciones? (5.5.1)	X						
¿Ha comprobado el laboratorio que los diseños, calidades y precisiones de los equipos y software son los establecidos en los métodos de ensayo/calibración? (5.5.2)			X				
En caso de utilizarse equipos o materiales alternativos, ¿existe un estudio comparativo? (5.5.2)							X
En el caso de hacer uso de equipos no sujetos a su control permanente, ¿asegura el laboratorio que se cumplen siempre los requisitos de la norma? (5.5.1)			X				
¿Se han calibrado todos los equipos incluidos en el programa de calibración antes de su puesta en funcionamiento? (5.5.2)			X				
¿Se dispone de instrucciones actualizadas sobre el uso, manejo y transporte de los equipos y materiales de referencia que lo requieran, disponibles al personal del laboratorio? (5.4.1, 5.5.3, 5.5.6 y 5.6.3.4)			X				
¿Están identificados correctamente cada uno de los equipos y software utilizados para la realización de los ensayos/calibraciones? (5.5.4)			X				

¿Se han identificado mediante etiqueta o similar los equipos que requieren calibración para indicar su estado de calibración? (5.5.8)			X				
Si, en algún momento, algún equipo ha salido del control directo del laboratorio, ¿se dispone de evidencias de las operaciones de comprobación posteriores? (5.5.9)							X
En caso necesario, ¿se dispone de procedimientos para la realización de controles intermedios entre calibraciones? (5.5.10)			X				
Se ha establecido un procedimiento para asegurar que la transferencia de los factores de corrección de los equipos se hace a todos los documentos necesarios, incluyendo el software? (5.5.11)				X			
¿Se han protegido contra ajustes incontrolados los equipos de ensayo/calibración? (5.5.12)			X				
En el caso de producirse ajustes, ¿se han calibrado los equipos (incluidos patrones de referencia) antes y después de los mismos? (5.6.3.1)			X				
¿Está previsto algún caso en que se puedan emplear los patrones de referencia como patrones de trabajo? (5.6.3.1)			X				
- En estos casos, ¿se puede demostrar que no se invalida su uso como patrones de referencia?		X					
Está definido e implantado el proceso a seguir en caso de detectarse equipos dañados y/o defectuosos, fuera de plazo de calibración, etc.? (5.5.7)			X				
- ¿Se limita su uso a menesteres adecuados, se identifica dicha situación y se ponen fuera de servicio?	X						

- ¿Se investigan las causas y posibles consecuencias de esta situación? (5.5.7 y 4.9)	X						
¿Se mantienen actualizados los registros necesarios de los equipos de medida y ensayo, software, equipos auxiliares, patrones, materiales de referencia y material fungible? (5.5.5)			X				
- Identificación	X						
- Fabricante	X						
- Modelo	X						
- Número de serie	X						
- Localización	X						
- Instrucciones del fabricante	X						
- Historial de mantenimiento, daños, averías, etc.	X						
- Historial de calibraciones, ajustes, etc.	X						
En los casos en que se juzgue necesario, ¿existen instrucciones escritas apropiadas para la correcta realización de las actividades de mantenimiento? (5.5.6)			X				
- ¿Se llevan a cabo dichas actividades de manera programada?			X				
- ¿El programa incluye todos los equipos e instalaciones auxiliares que lo requieran?			X				
- ¿Se conservan registros de las actividades de mantenimiento realizadas? (5.5.5 g)			X				
TRAZABILIDAD DE LAS MEDIDAS							
¿Está establecida por escrito la sistemática general para llevar a cabo las actividades de calibración (plan de calibración)? (5.6.1 y 5.5.2)			X				

¿Es completo dicho plan (incluyendo equipos de ensayo/ calibración, calibración interna y muestreo)? (5.6.1)	X						
¿Se llevan a cabo dichas actividades de acuerdo a un programa preestablecido con intervalos de recalibración adecuados? (5.5.2 y 5.6.1)			X				
¿Se han establecido los criterios de aceptación y rechazo de los resultados de las calibraciones para cada uno de los equipos?			X				
En el caso de no requerirse calibración de los equipos, ¿ha demostrado el laboratorio de ensayo que el equipo utilizado puede proporcionar la incertidumbre de medida necesaria, compatible con esta falta de necesidad? (5.6.2.2.1)			X				
MANIPULACIÓN DE OBJETOS DE ENSAYO/CALIBRACIÓN							
En caso de que sea necesario, ¿dispone el laboratorio de procedimientos para el transporte, la recepción, la manipulación, la protección, el almacenamiento o la destrucción de los objetos de ensayo/ calibración? (5.8.1)			X				
¿Se realiza una correcta identificación de los objetos de ensayo/ calibración y subdivisiones de forma que se evite la confusión entre objetos o la referencia a ellos en registros? (5.8.2)			X				
¿Se registran las anomalías o desviaciones de las condiciones de recepción de los objetos? (5.8.3)			X				
ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS DE ENSAYOS Y CALIBRACIONES INTERCOMPARACIONES							
¿Dispone el laboratorio de políticas y procedimientos que aseguren su participación en intercomparaciones cubriendo todas las familias de ensayos/calibraciones del alcance de			X				

acreditación? (5.9)							
¿Se participa periódicamente y de forma programada? ¿Cubre la programación todas las familias de ensayos/calibraciones? (C 5.9)			X				
¿Se ha establecido la sistemática y responsabilidades para evaluar los resultados obtenidos y tomar las acciones oportunas? (C 5.9.)				X			
- ¿Se Conservan registros de la evaluación por personal adecuado de los resultados obtenidos en las intercomparaciones?	X						
- ¿Se toman, en caso necesario, las medidas oportunas?	X						
CONTROL DE CALIDAD							
¿Se ha establecido la sistemática para llevar a cabo las actividades de control de calidad de los resultados de los ensayos/ calibraciones? (5.9)			X				
- ¿Se llevan a cabo periódicamente y de forma programada y eficaz dichas actividades?	X						
- ¿Cubre la programación la totalidad de los ensayos/calibraciones o familias de ensayos?	X						
- ¿Se registran, adecuadamente, los datos obtenidos?	X						
- ¿Se utiliza la información obtenida de estas actividades?	X						
INFORME DE RESULTADOS							
¿Cumplen los informes emitidos los requisitos mínimos en cuanto a contenido? (5.10)			X				
- Nombre y dirección del laboratorio	X						
- Lugar (si es diferente del laboratorio)							X

- Identificación del informe y paginado	X						
- Nombre y dirección del cliente	X						
- Identificación del método	X						
- Descripción e identificación del objeto	X						
- Fecha de recepción	X						
- Fecha de ensayo/calibración	X						
- Resultados	X						
- Nombre, cargo del firmante	X						
- Desviaciones al procedimiento	X						
- Declaración de incertidumbres, si aplica (5.10.3.1)		X					
- Condiciones ambientales, si aplica							X
- Declaración de incertidumbre		X					
- Declaración de solo objeto de ensayo		X					
- Declaración de conformidad, si aplica							X
- Información adicional, si procede	X						
- Procedimiento de muestreo							X
- Fecha de muestreo							X
- Identificación de objeto de muestreo							X
- Lugar de muestreo							X
- Condiciones ambientales, si aplica							X
- Desviaciones al método, si procede							X
¿Son dichos informes acordes con los datos tomados durante su realización, claros, concisos y fácilmente	X						

comprensibles para el destinatario final?. (5.10.1)							
Cuando se producen desviaciones al método ¿están documentadas, justificadas, autorizadas por el responsable y aceptadas por el cliente? (5.4.1)			X				
En caso de emitir informes/ certificados simplificados, ¿está la información completa disponible? (5.10.1)							X
¿Ha diseñado el laboratorio un formato adecuado para cada tipo de ensayo/ calibración? (5.10.8)			X				
¿Está establecida una sistemática adecuada para llevar a cabo, en caso necesario, modificaciones a informes/ certificados ya emitidos? (5.10.9)			X				
En caso de realizar transmisión electrónica de resultados, ¿se ha definido una sistemática que garantice la integridad y confidencialidad de la información? (4.1.5, 5.4.7 y 5.10.7)			X				
En caso de que el laboratorio emita certificados de calibración que contengan declaración de cumplimiento con especificaciones, ¿se cumplen los requisitos del apartado 5.10.4.2?							X
En caso de que el laboratorio haya justificado que ensaya/ calibra con respecto a revisiones obsoletas de las normas, ¿indica en los informes/ certificados que esa edición no corresponde a la última versión publicada? (5.10.2 e)							X