



SERVICES INTERLAB DE MÉXICO S. A. DE C. V.

**PGC-19**

Revisión: 03

Fecha: 11-Ene-30

**Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de  
Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos**

Página 1 de 23

1

# **Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos**

## **SECCIÓN DE FIRMAS DE AUTORIZACIÓN**

<b>Elaboró</b>
<b>Ing. Ruperto Ortíz Deceano</b> <b>Jefe de Laboratorio</b>

<b>Revisó</b>
<b>Ing. Nemorio Simón Santiago</b> <b>Representante del SGC</b>

<b>Aprobó</b>
<b>Ing. Miguel Ángel Narvaéz Ramírez</b> <b>Gerente de Negocios</b>



## **Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos**

### **1. OBJETIVO**

Implementar un procedimiento que proporcione los lineamientos que permitan controlar los parámetros fundamentales para garantizar la calidad de las mediciones realizadas en el Laboratorio de SILM, con la mínima incertidumbre posible, mediante la aplicación de monitoreos, controles y registros, estableciendo el procedimiento que permita supervisar la validez de los ensayos.

### **2. ALCANCE**

Este procedimiento aplica a todos los procesos llevados a cabo en SILM.

El control de calidad aplica a aquellas características que son relevantes para medir el grado en el que el producto o servicio cubre los predeterminados estándares de ejecución para cubrir las expectativas del cliente.

### **3. REFERENCIAS**

PGC-01 Procedimiento para la emisión de documentos.

PGC-02 Procedimiento para el control de documentos y registros.

PGC-03 Procedimiento de Auditorías Internas.

PGC-04 Procedimiento para producto no conforme, acciones correctivas y preventivas.

PGC-15 Validación de métodos de ensayo.

PGC-16 Procedimiento para estimar la incertidumbre de las mediciones.

### **4. FORMATOS**

F1-PGC-19 Reproducibilidad de los ensayos.

F2-PGC-19 Registro de estabilidad de los ensayos.

F3-PGC-19 Registro de correlación.

F4-PGC-19 Registro de control de equipo de seguridad y protección personal.

F5-PGC-19 Supervisión de la validez de los ensayos.

F6-PGC-19 Carta control de verificaciones intermedias.

F5-PGC-02 Revisión a los documentos

### **5. RESPONSABILIDADES**

Es responsabilidad del jefe de área, la supervisión y aplicación de todos los monitoreos, controles y registros, así como su análisis, y en caso necesario la aplicación de medidas preventivas y correctivas, para asegurar la calidad de los procesos que se llevan a cabo en el Laboratorio.

Es responsabilidad del Jefe de área supervisar la adecuada ejecución de las actividades del personal a su cargo, tanto en campo como en laboratorio llenando el formato F5-PGC-19.

El responsable de área verifica el correcto llenado del formato F5-PGC-19 y lo resguarda.

Es responsabilidad del Jefe de área la supervisión de actividades.



## Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

Es responsabilidad del analista de laboratorio recabar la información necesaria para llevar a cabo el llenado de formatos, monitoreos y controles.

Es responsabilidad del representante del sistema para la gestión de la calidad realizar la supervisión de actividades durante la auditoria interna.

### 6. DEFINICIONES

6.1 *Análisis de blanco analítico.* Es el someter una alícuota de agua reactivo a todo el proceso de análisis por el cual pasa una muestra real, el análisis de blancos se debe realizar en forma periódica o con cada lote de muestras según lo requiera el método.

6.2 *Blanco.* Agua reactivo o matriz equivalente a la que no se aplica ninguna parte del procedimiento analítico y sirve para evaluar la señal de fondo.

6.3 *Calibración.* Conjunto de operaciones que establecen bajo condiciones específicas, la relación entre los valores indicados por un instrumento de medición o un sistema de medición o los valores representados por una medida materializada a un material de referencia y los valores correspondientes de una cantidad obtenida por un patrón de referencia.

6.4 *Coeficiente de correlación ( $r$ ).* Se usa para determinar la relación entre dos propiedades.

6.5 *Coeficiente de determinación ( $r^2$ ).* El coeficiente de determinación  $r^2$ . Se puede interpretar como la proporción de la varianza de  $y$ , que puede atribuirse a la varianza de  $x$ .

6.6 *Control estadístico de proceso.* Es el uso de técnicas estadísticas, tales como cartas de control, para analizar un proceso de tal manera que se puedan tomar acciones apropiadas para lograr y mantener un estado de control estadístico.

6.7 *Control.* Es el mantener el comportamiento de algún fenómeno dentro de ciertos límites preestablecidos.

6.8 *Control de calidad.* Es el conjunto de actividades utilizadas para lograr la calidad.

6.9 *Corrección.* valor que agregado algebraicamente al resultado no corregido de una medición, compensa un error sistemático supuesto.

6.10 *Datos.* son las observaciones o mediciones que se realizan a una muestra. Se representan por la letra  $x$  a la que se le agrega un subíndice para representar el orden en que fueron obtenidos  $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$ .

6.11 *Desviación estándar de la ordenada al origen ( $sb$ ).* es el grado de desviación que tiene un grupo de valores con respecto a su origen.

6.12 *Desviación estándar de la pendiente ( $sm$ ).* es el grado de desviación que tiene un grupo de valores con respecto a la pendiente.

6.13 *Desviación estándar de la regresión.* Es el grado de desviación que tienen en promedio un grupo de valores, con respecto a la suma de cuadrados de la regresión y a los grados de libertad.

6.14 *Desviación.* Es el resultado de una medición menos el valor (convencionalmente) verdadero de la magnitud medida.

6.15 *Distribución  $F$ .* Familia de distribuciones diferenciadas por dos parámetros; se usan fundamentalmente para probar hipótesis referentes a las varianzas.

6.16 *Distribución  $ji$ .* cuadrada. familia de distribuciones de probabilidad diferenciadas por sus grados de libertad, se emplean para probar varias hipótesis sobre las varianzas, proporciones y bondad distribucional de ajuste.

6.17 *Distribución  $t$  de student.* devuelve la probabilidad de una variable aleatoria siguiendo una distribución  $t$  de student, se utiliza para la comprobación de pruebas de hipótesis cuando el tamaño de la muestra es pequeño.



## Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

- 6.18 *Ensayo*. Operación técnica que consiste en la determinación de una o más características de un producto dado, proceso o servicio de acuerdo a un procedimiento especificado.
- 6.19 *Error*. resultado de una medición menos un valor verdadero del mensurando.
- 6.20 *Especificación*. es el requerimiento de ingeniería que permite juzgar la aceptabilidad de una característica en particular, con respecto a requerimientos funcionales del producto o necesidades específicas del cliente.
- 6.21 *Estabilidad*. Es la ausencia de causas especiales de variación, o sea la propiedad de estar bajo control estadístico.
- 6.22 *Estadística*. es la técnica que se ocupa de la recopilación, organización y análisis de una serie de datos para estimar el comportamiento de una población y tomar una decisión.
- 6.23 *Exactitud de medición*. Proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y el valor verdadero del mensurando, este concepto es cualitativo.
- 6.24 *Exactitud*. Tiene el significado de que tan lejos o cerca se está de la verdad. También es la concordancia que existe de un valor medido con respecto a un valor real o esperado.
- 6.25 *Grados de libertad (gler)*. Número de valores no restringidos en la distribución, matemáticamente se expresa como la diferencia entre el número de datos de una muestra estadística y el número de restricciones que se ha impuesto a estos datos.
- 6.26 *Gran media*. Media del grupo completo de sujetos de todas las muestras del experimento.
- 6.27 *Incertidumbre de medición*. Estimación que caracteriza el intervalo de valores dentro de los cuales se encuentra el valor verdadero de la magnitud medida.
- 6.28 *Instrucción*. Es el conjunto de reglas, procedimientos o normas dadas para la realización de una actividad.
- 6.29 *Instrumento de medición*. Dispositivo destinado a ser utilizado para hacer mediciones sólo o en conjunto con dispositivos complementarios.
- 6.30 *Intervalo de confianza*. Es un rango en cualquiera de los lados de la media de una muestra o el intervalo con puntos extremos de dos cantidades.
- 6.31 *Límite de cuantificación del método (LC)*. Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser determinada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones de operación establecidas. Se ha determinado que el valor de este límite es la media de la señal del blanco mas diez veces la desviación estándar del blanco.
- 6.32 *Límite de detección del método (LD)*. Es la mínima concentración de un analito o sustancia en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones de operación establecidas.
- 6.33 *Linealidad*. Linealidad de un sistema o método analítico es la habilidad que asegura que los resultados obtenidos directamente o por medios matemáticos son proporcionales a la concentración de la sustancia dentro de un intervalo determinado.
- 6.34 *Magnitud*. Atributo de un fenómeno, cuerpo o sustancia que es susceptible de ser distinguido cualitativamente y determinado cuantitativamente.
- 6.35 *Material de referencia rm*. Material o sustancia cuyas propiedades son lo suficientemente homogéneas y bien conocidas para ser utilizadas en la calibración de instrumentos, verificación de métodos de medición o para asignar valores a materiales.
- 6.36 *Media aritmética*. Es el valor medio que representa el total de ciertos datos o valores.
- 6.37 *Medición*. Conjunto de operaciones que tienen por objeto determinar el valor de una magnitud.
- 6.38 *Mensurando*. Magnitud particular sujeta a medición
- 6.39 *Metrología*. Campo de conocimientos relativos a las mediciones



## Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

6.40 *Muestra*. Es una porción de material tomada al azar de una población con el propósito de evaluar sus características y su desempeño.

6.41 *Objeto de prueba*. Material u objeto dado a un laboratorio participante para la prueba de desempeño.

6.42 *Ordenada (b)*. La intersección de una línea con y, generalmente designada como b, es el valor de y en el punto de intersección de la línea con el eje y.

6.43 *Patrón*. Medida materializada, instrumento de medición, material de referencia o sistema de medición, destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o varios valores conocidos de una magnitud para utilizarse como referencia.

6.44 *Pendiente (m)*. Es la distancia vertical dividida por la distancia horizontal entre dos puntos cualesquiera de la recta, lo que corresponde a la tasa de cambio a lo largo de la línea de regresión.

6.45 *Placebo*. Matriz, excipiente cbp, pastillas o tabletas sin la sustancia activa.

6.46 *Población*. Cualquier conjunto de objetos o eventos individuales finitos o infinitos que forman un sistema (universo).

6.47 *Precisión*. Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes alícuotas o porciones de una muestra homogénea. Es también la concordancia de un conjunto de valores experimentales, con respecto a un valor central que se divide a su vez en: repetibilidad y reproducibilidad.

6.48 *Proceso de medición*. Conjunto de operaciones, descrito específicamente, para realizar mediciones particulares de acuerdo a un método determinado.

6.49 *Prueba de desempeño*. Determinación del desempeño de un laboratorio de pruebas por medio de una comparación entre laboratorios.

6.50 *Prueba*. La determinación o verificación de la capacidad de un artículo para cumplir con los requerimientos específicos, exponiendo al artículo al curso de condiciones físicas, químicas ambientales u operación.

6.51 *Repetibilidad*. Concordancia con respecto a un valor central bajo las mismas condiciones de trabajo. Es también el grado de concordancia obtenido entre determinaciones independientes realizadas bajo las mismas condiciones operativas (analista, tiempo, equipo, reactivo, etc.).

6.52 *Reproducibilidad*. Concordancia con respecto a un valor central bajo diferentes condiciones de trabajo (calibrador u operario, tiempo, equipo, laboratorio).

6.53 *Sesgo*. Es una medición del error sistemático y es la desviación persistente negativa o positiva del valor promedio obtenido con el método, con respecto al valor convencional verdadero del analito.

6.54 *Suma de cuadrados de regresión (scr)*. es la medida de la variación total de un conjunto de datos.

6.55 *Suma de cuadrados del error de regresión (scer)*. es el que mide la variación entre las muestra individuales.

6.56 *Supervisión*. Conjunto de Actividades encaminadas a realizar una inspección general de la correcta aplicación de una instrucción.

6.57 *Tolerancia*. Es el valor máximo de variación permitida a partir de cada uno de los extremos de especificación. Es decir, es el intervalo de valores en donde se puede tomar como aceptada una característica. Se obtiene de la diferencia entre los límites de especificación.

6.58 *Trazabilidad*. Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón, consistente en poder relacionarlo con las referencias establecidas, generalmente como patrones internacionales o nacionales, por medio de una cadena interrumpida de comparaciones teniendo todas incertidumbres determinadas.



## Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

6.59 *Validación de un método de medición.* demostrar que las características de un método de medición son adecuadas para la exactitud requerida.

6.60 *Valor verdadero.* Valor consistente con la definición de una determinada particular. Este es un valor que se obtendría de una medición perfecta.

6.61 *Valor convencionalmente verdadero.* Valor de una magnitud que puede ser sustituido del valor verdadero para un fin determinado.

## 7. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

### 7.1 Principio.

Control de la calidad

Obtención de pruebas, (convenientemente documentadas, graficadas y registradas) demostrativas de que los procesos son lo suficientemente fiables como para producir el resultado previsto dentro de los intervalos definidos.

El objetivo del Control de Calidad es la gestión para que los procedimientos analíticos sean adecuados para el propósito destinado.

Para lograr esto se establecen pruebas periódicas, tales como pruebas de hipótesis, cartas control, ensayos de aptitud, estudios de repetibilidad, etc.

Supervisión de la validez de los ensayos, a la que están sujetas todas las pruebas que se desarrollan en SILM.

### 7.2 Aplicabilidad.

Aplica a todas aquellas actividades de carácter preventivo y sistemático, que se deben hacer para asegurar que las mediciones que se realizan dentro del Laboratorio sean confiables y para garantizar que las características de calidad de un ensayo cumplen con las especificaciones requeridas.

### 7.3 Criterios de aceptación y rechazo.

Este procedimiento nos da un panorama general de las herramientas, fundamentalmente estadísticas, para la validación de un método de ensayo.

Cada diseño de validación utiliza las herramientas necesarias que el método de ensayo requiera. Los criterios de aceptación estarán en función de las exigencias que cada herramienta disponga (por ejemplo en un estudio de precisión debe de cumplirse que la  $t_{exp}$  sea menor o igual que la  $t_{teórica}$ ).

### 7.4 Cálculo de Incertidumbre.

Debe demostrarse que la incertidumbre de la medición  $U_m$ , debida a los errores aleatorios que suceden durante la medición más otros por trazabilidad u otras fuentes de error, es menor o igual a la máxima incertidumbre  $U_r$  solicitada por el cliente al nivel de confianza establecido.

$$U_m \leq U_r$$

### 7.5 Trazabilidad





## Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

Cada uno de los instrumentos de medición, materiales y patrones de referencia certificados nacionales e internacionales utilizados en el Laboratorio Químico cumple con las políticas de trazabilidad de la Entidad Mexicana de Acreditación. Cada procedimiento cuenta con su carta de Trazabilidad al Sistema Internacional de Medidas.

7.6 Pruebas iniciales de desempeño o competencia técnica del analista y como se evalúa, de acuerdo a F1-PGC-06 y F3-PGC-06.

### 8. EQUIPO Y MATERIALES

Equipos de medición

Termómetro

Cronómetro

Material de vidrio

Reactivos y material en general

Las herramientas estadísticas que pueden ser utilizadas son:

- Pruebas de hipótesis (Medias, varianza, prueba F)
- Pruebas de repetibilidad.
- Análisis de varianza
- Cartas de control CEP de Shewhart
- Estudios de correlación y regresión
- Estimación de incertidumbre

### 9. METODOLOGÍA

El primer paso para realizar una medición es especificar el mensurando, entendido como aquello que se mide. Es necesario especificar la magnitud y la descripción del entorno particular que rodea a esa magnitud. Idealmente, la cantidad medida debe ser consistente con la definición del mensurando.

El valor verdadero de un mensurando es aquel que se obtiene de una medición perfecta, por lo tanto no puede ser conocido a los errores presentes.

El resultado de una medición, corregida con respecto a todos los errores conocidos, es la mejor aproximación del valor verdadero que se ha podido obtener. A este valor se le denomina valor convencionalmente verdadero, cuya repetibilidad lo hace confiable y de aceptación universal. Sin embargo, a este valor convencionalmente verdadero se le asocia una duda (incertidumbre) debida a aquellos errores que no pudieron ser corregidos y que en cierta forma nos crean una duda respecto a la validez del resultado de la medición.

Se dice que un proceso de medición está normalizado cuando no existen errores sistemáticos de ningún tipo, ni errores aleatorios de causas especiales. Es decir que la medición siempre se hace de la misma forma. Para lograr esto se requiere que existan procesos para gestión de la Calidad de las mediciones, es decir; que existan evidencias documentadas de dicho control, tales como procedimientos, registros, gráficas, etc., que nos detecten tendencias, errores y fallas para corregirlas antes de que lleguen al cliente, y que así mismo nos garantice las acciones sistemáticas planeadas e implementadas en el Laboratorio para proporcionar un servicio de calidad.



## **Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos**

A continuación se mencionan los controles que se hacen a los factores más importantes del sistema analítico que afectan directa o indirectamente a las mediciones y como consecuencia a los resultados.

Se cubren aspectos del trabajo diario en el Laboratorio y cómo deben documentarse y habilitarse formalmente, para su óptimo desempeño. La mayoría de los registros se guardan en las bitácoras y formatos correspondientes.

### **9.1 Parámetros ambientales**

En las instalaciones físicas disponibles en el Laboratorio se tienen involucrados dos principios generales, un medio ambiente apropiado para la operación óptima del equipo e instrumentos y el medio ambiente apropiado para el desempeño óptimo de los empleados.

El Laboratorio tiene condiciones estables de temperatura y humedad para que los instrumentos funcionen de manera adecuada y para que las mediciones analíticas que se realicen no sean afectadas, ya que cuenta con un sistema de aire acondicionado que a la vez que regula la temperatura, también controla la humedad relativa.

Estos factores son importantes de controlar sobre todo en el área de gravimetría, para lo que se implementó la bitácora de pesaje de filtros en donde se anotan entre otros datos las condiciones de temperatura y humedad en que se pesan los filtros. Para las demás áreas del Laboratorio no es de vital importancia el control tan estricto de estos dos parámetros.

Cabe mencionar que el sistema de aire acondicionado también cubre las necesidades de ventilación y recambios de aire para un correcto ambiente de trabajo.

### **9.2 Campana de extracción**

La campana de extracción opera dentro del Laboratorio cuando se trabaja con reactivos o muestras que generan vapores de solventes, materiales tóxicos o inflamables, que puedan contaminar muestras y/o corroer partes electrónicas de instrumentos de medición. Se mantiene siempre limpia para evitar contaminación de las sustancias con que se trabaje en ella. Cuando no se encuentra en uso se mantiene cerrada.

### **9.3 Material de vidrio**

Para ser utilizado el material de vidrio debe estar limpio y seco.

El tipo de limpieza en el material de vidrio es determinante en la calidad de las mediciones analíticas, se enjuaga con agua corriente, y por último se talla con escobillón y se enjuaga perfectamente con agua destilada, dejando escurrir y secar al aire.

### **9.4 Técnicas analíticas instrumentales**

Una buena práctica de laboratorio consiste en asegurar el buen funcionamiento de los equipos del Laboratorio para asegurar de esta manera que las mediciones analíticas que se realizan sean confiables.





## Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

Los procedimientos de verificación del desempeño del instrumento analítico, están descritos en los manuales del instrumento los cuales se encuentran en la carpeta correspondiente a cada equipo, los intervalos de verificación son determinados basándose en las necesidades, tipo y previo desempeño del instrumento de medición, los datos se anotan en el formato F6-PGC-19 Carta control de verificaciones intermedias. Los intervalos de verificación deben ser más cortos que el tiempo en que el equipo presente tendencia y que por lo tanto se encuentre fuera de los límites de especificación aceptables.

También es válido utilizar algunas técnicas que aplicadas de manera congruente con la prueba nos aportan datos sobre la exactitud, repetibilidad, tendencia o falla del proceso, tales como;

### 9.4.1 Análisis muestra control y gráficos de control.

La muestra control puede ser un material de referencia certificado o un material de referencia caducado pero que se monitorea periódicamente su concentración.

Se evalúan los resultados de acuerdo a los criterios de aceptación preestablecidos en los informes de los materiales de referencia o estimados y documentados en F4-PGC-19, si no cumplen, se determinan las acciones correctivas, y elabora el plan de mejora.

Con los datos obtenidos se elaboran gráficos de control  $\bar{X}$ -R con una periodicidad de 3 meses, de la siguiente manera:

Un grafico de control  $\bar{X}$ -R indica tanto la media como la amplitud, la grafica de la media muestra principalmente el cambio en la dispersión del proceso, por lo que es un método muy eficaz para verificar si existen anomalías en el proceso.

- Reúna los datos obtenidos bajo las mismas condiciones de medición, registre los datos en el formato F1-PGC-19 Elaboración de gráficos de control.
- Calcule la media  $\bar{X}$  usando la formula:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

- Calcule el rango R  
R= (mayor valor)-(menor valor)
- Calcule la media general

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{K}$$

- Calcule el valor medio de los Rangos.

Calcule las líneas de los límites de control. Emplee las siguientes fórmulas. Los coeficientes A2,D4,D3.

- Grafica de control  $\bar{R} = \frac{\sum_{i=1}^n R_i}{K}$

$$LC = \bar{x}$$

$$LSC = \bar{x} + (A2\bar{R})$$



## Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

$$LIC = \bar{\bar{x}} - (A2\bar{R})$$

- Grafica de control R

$$LC = \bar{R}$$

$$LSC = D4\bar{R}$$

$$LIC = D3\bar{R}$$

- Donde LC.- Línea de control; LSC línea superior de control; LIC.-línea inferior de control.

### 9.4.2 Consistencia y estabilidad en los ensayos

La consistencia es el cambio en la repetibilidad a través del tiempo, o sea, un medidor de variabilidad del ensayo. Y la estabilidad es el cambio del error de desviación a través del tiempo, para éste ensayo se puede utilizar el material de referencia certificado. Estos son parámetros de desempeño que nos indican que el método de medición es confiable.

Por medio de registros que se realizan periódica y permanentemente se obtiene información, se analiza y se llega a una conclusión para demostrar que el método establecido en el laboratorio, en las condiciones ambientales de operación normal de medición y conforme pasa el tiempo cumple con los requisitos establecidos del control de la calidad en el laboratorio.

### 9.4.3 Correlación

Nos da el grado de relación entre variables de resultados para diferentes características de un mismo elemento de ensayo. Esta herramienta se utiliza para ver linealidad en las curvas de calibración.

### 9.4.4 Carta control de verificaciones intermedias.

Trabajando con un patrón o material de referencia (trazable), el uso de esta técnica, ayuda por medio de gráficas con límites establecidos a un control estadístico para detectar y corregir tendencias o resultados aberrantes en un proceso o producto final de tal manera que puedan tomarse acciones apropiadas para lograr y mantener un estado de control para mejorar la habilidad del proceso. Los registros se realizan en el formato F6-PGC-19 carta control de verificaciones intermedias. Para verificar el funcionamiento de los equipos de SILM se cuenta con un programa de verificaciones intermedias.

### 9.4.5 Comparación de interlaboratorios

Para la determinación de pruebas de desempeño, en donde se identifican los coeficientes de influencia y se realizan estudios R y r, para calcular la consistencia y/o Repetibilidad entre los resultados de mediciones del mismo mensurando realizados bajo condiciones variables de medición.



## Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

### 9.5 Control de calidad para supervisar la validez de los ensayos.

SILM documenta la supervisión de sus actividades en campo a través de la firma de los registros de campo tanto del personal que los elabora como del supervisor, en el caso del laboratorio, se documenta mediante el formato F5-PGC-19.

El Jefe de Laboratorio se encarga de revisar los registros de supervisión de manera periódica durante la ejecución de los trabajos.

El formato de supervisión, se llena dependiendo de los puntos críticos que puedan afectar la calidad de los resultados y solicitando la información que cubra los criterios específicos para la supervisión del método, anotando su cumplimiento y en caso de que no aplique se señala, en caso de tener comentarios se anotan para sustentar la respuesta.

El desarrollo de todas las pruebas está sujeto a supervisión en SILM.

En caso de que se detecten problemas durante las actividades de supervisión de los trabajos, se consulta con el responsable del área para determinar si ameritan identificarse como trabajos no conformes, véase procedimiento PGC-04 y generar acciones correctivas de acuerdo a lo señalado en el procedimiento.

No.	Parámetro estadístico.	Distribución que aplica.	Modelo matemático	Criterio de Aceptación.	Control
1	Exactitud	t de student	$t_{cal} = \frac{\mu - \mu_0}{\frac{S}{\sqrt{n}}}$	$t(a/2, n-1) \leq t_{calc} \leq t_{tablas}(1-a/2, n-1)$ T calculada $\leq$ T tablas	Los valores deben estar dentro del rango de tolerancia
2	Limite de confianza de la media	t de student	$\mu = \bar{x} \pm t \frac{S}{\sqrt{n}}$	L. Superior $\bar{x} + t \frac{S}{\sqrt{n}}$ L. Inferior $\bar{x} - t \frac{S}{\sqrt{n}}$	Los valores deben estar dentro del rango de tolerancia
3	Diferencia, Bias o Sesgo	Distribución normal	$\Sigma$ algebraica Error absoluto $D = x - X$ Valor obtenido menos valor esperado.	Tendencia a cero	Tendencia Cero
4	% CV	Distribución normal	$\%CV = \frac{Desv.std}{x}$	2% de variabilidad para métodos instrumentales	Los valores deben estar dentro del rango de tolerancia
5	Z (valor de Z)	Distribución normal	$z = \frac{x - X}{\hat{\sigma}}$	$ z  \leq 2$ = satisfactorio $2 <  z  < 3$ = cuestionable, alerta $ z  \geq 3$ = insatisfactorio	Los valores deben estar dentro del rango de tolerancia
6	Error normalizad	Distribución normal	$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$	$ E_n  \leq 1$ = satisfactorio $ E_n  > 1$ = insatisfactorio	El valor absoluto del error normalizado $E_n$ , debe ser menor a uno para considerar una compatibilidad de mediciones entre participantes.



**Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos**

7	Repetibilidad	Distribución normal	$r = \frac{\sigma_r}{\sigma_r} \cdot \text{RAIZ}(2)$ $r = K^*$ $\sigma_r = 1,96$ ; $K=2,8$	$r \leq 2,8 * K$	Limite de repetibilidad.- Diferencia máx. de repetibilidad del método con una probabilidad del 95%
8	Reproducibilidad	Distribución normal	$R = \frac{\sigma_R}{\sigma_R} \cdot \text{RAIZ}(2)$ $R = K^*$ $\sigma_R = 1,96$ ; $K=2,8$	$R \leq 2,8 * K$	Limite de Reproducibilidad. Diferencia máx. de reproducibilidad del método con una probabilidad del 95%
9	Cociente de la Desv. Std "SR" Reproducibilidad entre desv. std "Sr" repetibilidad.	Distribución normal	$\tilde{a} = \frac{S_R}{S_r}$	$\tilde{a} = 1,00 \pm 0,05$	El valor de SR no deberá exceder al de Sr
10	Pruebas de consistencia. Repetibilidad	Distribución normal. Diferencia absoluta de los 2 promedios menor o igual a la diferencia crítica.	$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i$ $D =  \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $ $CDr = 2,8 \sigma_r \sqrt{\frac{1}{2m} + \frac{1}{2n}}$	$D \leq CDr$	No existe en ese momento suficiente evidencia estadística para pensar que existen problemas de repetibilidad.
11	Pruebas de consistencia. Reproducibilidad	Distribución normal. Diferencia absoluta de los 2 promedios menor o igual a la diferencia crítica.	$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i$ $CD = \sqrt{(2,8 \sigma_R)^2 - (2,8 \sigma_r)^2} \cdot \sqrt{1 - \frac{1}{2m} - \frac{1}{2n}}$	$D \leq CDR$	Se demuestra que no existe en ese momento suficiente evidencia estadística para pensar que existen problemas de reproducibilidad.
12	Incertidumbre	Distribución normal	$U_s$ $U_c$ $U_{exp}$	$U \leq \text{Especificación}$	Su valor no debe ser mayor al de especificación.
13	Gage Repetibilidad y reproducibilidad %GR&R Equipos de medición.	Distribución normal	$\%EV = 100 \frac{[EV/TV]}{[EV/TV]}$ $\%AV = 100 \frac{[AV/TV]}{[AV/TV]}$ $\%R\&R = 100 \frac{[R\&R/TV]}{[R\&R/TV]}$ $\%PV = 100 \frac{[PV/TV]}{[PV/TV]}$ $Ndc = 1,41 (PV/R\&R)$	Estudio valido solo si: $Ndc \geq 5$  $R\&R < 10\%$ -----Apto $10\% \leq R\&R \leq 30\%$ -----Apto con reservas $R\&R > 30\%$ -----No apto	Los valores deben estar dentro del rango de tolerancia

9.6 Manejo y registro de reactivos

Todos lo reactivos químicos usados deben ser al menos grado analítico.

Se deben conocer las propiedades físicas, químicas y de toxicidad de los reactivos, para esto, el Laboratorio cuenta con las hojas de seguridad de las sustancias utilizadas en los distintos ensayos,



## Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

las cuales se deben consultar para un adecuado manejo, almacenamiento y disposición de los reactivos.

Mantener los contenedores de los reactivos bien cerrados.

Regresar inmediatamente los reactivos al sitio designado y no dejarlos en el lugar de trabajo.

Al utilizar los reactivos químicos, se deben usar botellas apropiadas, no regresar el reactivo sobrante ni introducir pipetas sucias.

Se debe vaciar la cantidad necesaria de reactivo en otro contenedor de vidrio limpio y tomar directamente de él.

Se debe tener un registro de reactivos con los que cuenta el Laboratorio, que incluya algunos datos importantes de los mismos.

En cuanto a las soluciones reactivas que se preparan en el Laboratorio:

Deben etiquetarse con los siguientes datos: el No. de lote con el que se elaboró, Nombre o fórmula y concentración, Elaborado por, Indicaciones para conservación, Otras observaciones, Fecha de elaboración y Fecha de caducidad.

### 9.7 Manejo de registros

Todos los cálculos y registros del control de la calidad de los métodos de ensayo del laboratorio, deben ser registrados en su respectiva bitácora o en las cartas control correspondientes.

#### **MEDIDAS DE SEGURIDAD**

El Laboratorio se maneja como una área restringida, con acceso sólo al personal que ahí labora, debido al tipo de reactivos y materiales con los que se trabaja.

La seguridad es una parte muy importante en el Laboratorio, debido a que el personal que labora en él se encuentra expuesto a sustancias químicas, las cuales deben ser manejadas de manera adecuada y segura para no afectar su salud. Para lo cual el personal del Laboratorio cuenta con las hojas de seguridad de los reactivos del Laboratorio el cual contiene las características principales de riesgo de cada una de las sustancias utilizadas en el Laboratorio, con el propósito de tomar las precauciones pertinentes. Además de contar con el PGC-18 Procedimiento para el manejo de residuos del Laboratorio, el cual contiene lineamientos de seguridad para la disposición final de los reactivos que se consideran residuos.

El equipo de seguridad con el que cuenta el Laboratorio, se enlista a continuación:

- Señalamientos de seguridad.
- Lava ojos.
- Regadera de emergencia.
- Botiquín de primeros auxilios.
- Equipo contra incendios.
- Equipo de protección personal, tal como:
  - Lentes de protección,
  - Batas de laboratorio,
  - Zapatos de seguridad y
  - Mascarillas.



SERVICES INTERLAB DE MÉXICO S. A. DE C. V.

**PGC-19**

Revisión: 03

Fecha: 11-Ene-30

## Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

Página 14 de 23

### 11. BIBLIOGRAFÍA

“Validación de Métodos de Medición”. EMA (Entidad Mexicana de Medición) A.C. 2003.

“Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement” Second Edition QUAM: 2000.1 EURACHEM/CITAG CG4.

“Trazabilidad”. EMA (Entidad Mexicana de Medición) A.C. 2009

CENAM. Guía para las mediciones analíticas. Documento Técnico. Querétaro, México. 2004.

Murray R. Spiegel. Estadística. Tercera Edición. Serie Schaum. McGRAW-HILL. México, 2002.

Armand V. Feigenbaum, Control Total de la Calidad, McGRAW-HILL, ICN., tercera edición, México, 1994.

NMX-CH-5725-IMNC-2006 parte 1 a 6, Aseguramiento y Exactitud en los resultados de los métodos de las mediciones.

### F1-PGC-19 REPRODUCIBILIDAD DE LOS ENSAYOS

#### CAMBIO DE LA REPETIBILIDAD CON RESPECTO AL TIEMPO

	DATOS	FECHA	_____
1		X=	_____

	DATOS	FECHA	_____
1		X=	_____





SERVICES INTERLAB DE MÉXICO S. A. DE C. V.

**PGC-19**

Revisión: 03

Fecha: 11-Ene-30

**Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de  
Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos**

Página 15 de 23

2	
3	
4	
5	

S=

2	
3	
4	
5	

S=

	DATOS	FECHA
1		X=
2		S=
3		
4		
5		

	DATOS	FECHA
1		X=
2		S=
3		
4		
5		

	DATOS	FECHA
1		X=
2		S=
3		
4		
5		

	DATOS	FECHA
1		X=
2		S=
3		
4		
5		

**F2-PGC-19 Registro de estabilidad de los ensayos**

ESTABILIDAD: Cambio de la exactitud a través del tiempo

FECHA	VALOR OBTENIDO	VALOR VERDADERO	SESGO	REALIZÓ
-------	-------------------	--------------------	-------	---------



SERVICES INTERLAB DE MÉXICO S. A. DE C. V.

PGC-19

Revisión: 03

Fecha: 11-Ene-30

Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de  
Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

Página 16 de 23


F3-PGC-19 Registro de correlación

FECHA	ECUACIÓN	COEFICIENTES	RASTREABILIDAD



SERVICES INTERLAB DE MÉXICO S. A. DE C. V.

PGC-19

Revisión: 03

Fecha: 11-Ene-30

Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de  
Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

Página 17 de 23


F4-PGC-19 Registro de control del equipo de seguridad y protección personal

FECHA	BOTIQUÍN	REGADERA	EXTINTOR	LAVA OJOS	EQUIPGC DE PROTECCIÓN PERSONAL	REVISÓ



Revisión: 03

Fecha: 11-Ene-30

## Página 18 de 23

[illegible]



SERVICES INTERLAB DE MÉXICO S. A. DE C. V.

PGC-19

Revisión: 03

Fecha: 11-Ene-30

Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de  
Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

Página 19 de 23

F5-PGC-19 Supervisión de la validez de los ensayos

Fecha: \_\_\_\_\_ Orden de Trabajo: \_\_\_\_\_ Folio de Cadena de Custodia \_\_\_\_\_

Área: Laboratorio Químico	Sistema o Prueba:
---------------------------	-------------------

Criterios específicos para la supervisión del método	Parámetros	Cumple		
		Si	No	N/A

Observaciones:

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
Supervisó  
Nombre y firma

\_\_\_\_\_  
Persona supervisada  
Nombre y firma



Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos

F6-PGC-19 Carta control de verificaciones intermedias

DATOS DEL EQUIPO		DATOS DEL PATRON DE REFERENCIA
Marca	Modelo	Marca
Núm de Serie:	Núm de Ident:	Lote:
Color:		Caduca:

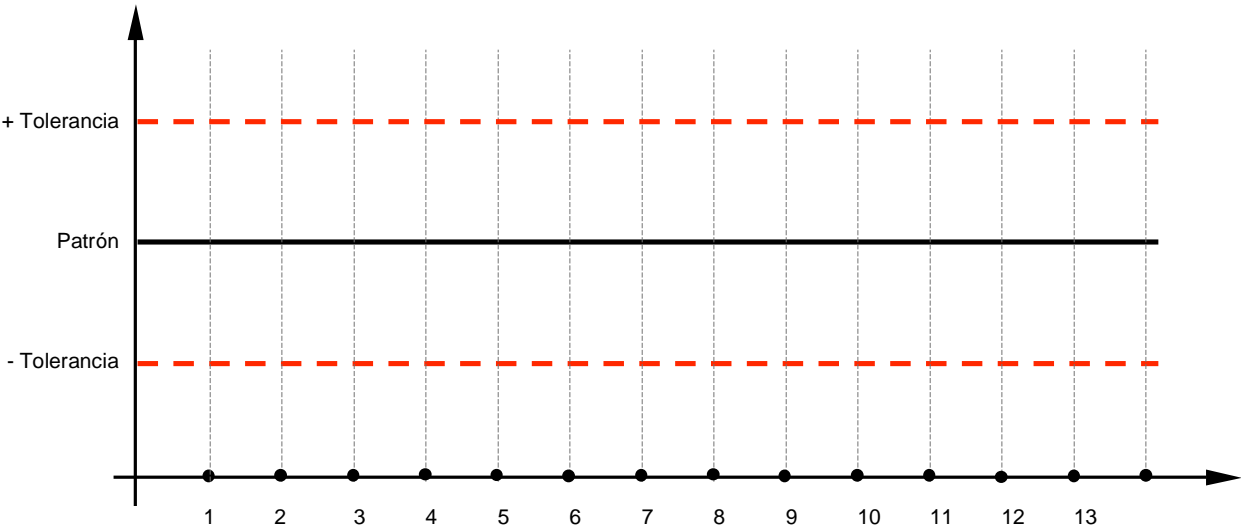
NORMA APLICADA:

VERIFICACIÓN ANTERIOR: / /

Resultados de la verificación:

No	Fecha	Medición	Desviación Respecto al patrón	Rango de Aceptación	Conclusión de la verific. Cumple o No	Estatus del equipo	Realizó Iniciales y antefirma
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							
9							
10							
11							
12							
13							
14							

Gráfico de comportamiento:







SERVICIOS INTERLAB DE MÉXICO S. A. DE C. V.

**PGC-19**

Revisión: 03

Fecha: 11-Ene-30

**Procedimiento para el Control de Calidad de Métodos de  
Ensayo y Supervisión de la Validez de los Ensayos**

Página 21 de 23

**F5-PGC-02 Revisión a los documentos**

Número de revisión	Fecha de revisión	Sección modificada	Descripción	Iniciales y antefirma de quien revisa
00	06-Abr-30		Se dio de alta el procedimiento	NSS
01	09-May-30	Todo	Se actualizó el procedimiento de acuerdo a las normas aplicadas	NSS
02	10-May-31	Se adecuó F6-PGC-19	Se actualizó el procedimiento de acuerdo a las recomendaciones de la auditoria de ema	NSS
03	11-Ene-30	Se adecuó	Se actualizó el procedimiento de acuerdo a las recomendaciones de la auditoria de ema	NSS