



TÍTULO: **LINEAMIENTOS DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICA**

CÓDIGO: **TP0100**

VERSIÓN: **02**

FECHA ÚLTIMA REVISIÓN:

COPIA N°: \_\_\_\_\_

ELABORADO POR: \_\_\_\_\_  
GUSTAVO ALFONSO COY  
LÍDER AFQ

REVISADO POR: \_\_\_\_\_  
ANA MARIA HERNANDEZ  
OFICIAL DE CALIDAD

APROBADO POR: \_\_\_\_\_  
MARTA ELENA DUQUE SOLANO  
COORDINADORA PFQA

Este documento debe ser revisado por lo menos cada **dos** años.



**LINEAMIENTOS DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICA**

## 1. OBJETIVO

Este documento presenta los lineamientos que se deben seguir en el laboratorio del IDEAM para la producción de los datos analíticos.

## 2. APLICABILIDAD

Las directrices consignadas en este documento aplican para todos los datos que sean obtenidos en el laboratorio como resultado de ejecutar cualquier método analítico aprobado y que esté vigente en el laboratorio.

## 3. DEFINICIONES

Procedimientos De Control De Calidad, (PCC), sirven como un mecanismo para minimizar los errores analíticos y permitir la generación de datos de buena calidad con la mejor precisión y exactitud posibles, lo cual se logra implantando prácticas que aseguren la minimización de fuentes de error, tales como contaminación, efectos de matriz, sesgo y errores aleatorios humanos e instrumentales, fluctuaciones de la sensibilidad instrumental, y discrepancias en los estándares analíticos.

Patrón Externo, de Referencia o Certificado: Son soluciones preparadas por una entidad o laboratorio con reconocida experiencia e idoneidad en la preparación y manejo de este tipo de patrones o estándares. Se utilizan en este laboratorio en la determinación de la exactitud de los métodos, en pruebas de intercalibración, y en evaluación del desempeño de los analistas. En algunas casos, y ante la falta de patrones externos, se pueden usar temporalmente patrones internos o preparados en este laboratorio por un analista experimentado y que no sea el mismo responsable de su posterior análisis.

Cartas de Control: son instrumentos de control de calidad en los cuales mediante una gráfica de los resultados obtenidos para un estándar control, "versus" fecha de análisis, se observa y controla el comportamiento en el tiempo de dichos resultados a través de los lotes de análisis de muestras.

Repetibilidad: es una medida de la precisión de datos obtenidos por un solo operador trabajando siempre en las mismas condiciones (equipos, materiales y reactivos).

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

Analista: profesional del área química con experiencia en análisis químico, que ejecuta procedimientos de análisis en el laboratorio y que habiendo demostrado adecuado desempeño, su condición de tal ha sido avalado por el líder de grupo de análisis y por el oficial de calidad.

Auditoria Analítica: es uno de los mecanismos a través del cual se avala y se hace seguimiento al desempeño del analista, el método y la documentación.



Pruebas de Inter-calibración: Se realizan mediante el procesamiento de muestras certificadas de origen externo, las cuales son analizadas simultáneamente por otros laboratorios. Estas muestras son suministradas por el líder de grupo de análisis y el analista desconoce el valor de la concentración para los analitos de interés.

Límite superior e inferior de control, (LSC y LIC): es el valor a partir del cual se hace necesario hacer seguimiento inmediato al método y tomar las acciones correctivas correspondientes. Este valor, de acuerdo con los lineamientos y política de calidad vigentes es de  $\pm 10\%$  con respecto al valor real o de preparación del control correspondiente. Se exceptúan algunos métodos para los cuales se ha ampliado o se ha reducido este valor. Este límite se puede correlacionar con la desviación estándar para propósitos estadísticos.

Límite superior e inferior de alerta, (LSA y LIA): es el valor a partir del cual se hace necesario un seguimiento preventivo por parte del analista sobre el método y su desempeño. Este valor corresponde a  $\pm 7\%$  con respecto al valor real o de preparación del control. Este límite se puede correlacionar con la desviación estándar para propósitos estadísticos.

Estándar de calibración: es una solución preparada en el laboratorio con el fin de calibrar el equipo de medición para correr un método analítico.

Estándar de control: es un estándar preparado en el laboratorio que se corre dentro del lote de muestras para verificar si la lectura instrumental de las muestras se puede considerar aceptable.

Intervalo o rango de Lectura: corresponde al intervalo de concentraciones de un analito para el cual se ha estandarizado el método en este laboratorio.

Contra muestra: es una solución de un analito dado que tiene la misma concentración del testigo y/o del adicionado, y que permite verificar la concentración de preparación.

Testigo: es una solución de una concentración conocida de un analito de interés, la cual es enviada a campo para que permanezca durante el tiempo de muestreo en las mismas condiciones que las muestras obtenidas.

Adicionado: es una muestra real a la que se le adiciona una cantidad conocida del analito de interés. Sirve para calcular el porcentaje de recuperación del analito.

Duplicado: es otra alícuota de la misma muestra, tomada cuando la muestra ha sido homogenizada convenientemente.

Réplica: es otra muestra que se toma en el mismo punto y en el mismo tiempo, pero que va en otra botella o recipiente de muestreo

Límite de Detección del Método, LDM: Es la menor concentración posible de un analito para la cual este laboratorio garantiza una precisión máxima del 10% (en términos del coeficiente de variación) y garantiza también una exactitud mínima del 90% (que equivale a un 10 % en términos de porcentaje de error relativo). Estos niveles de precisión y exactitud son los obtenidos en la estandarización del método y reportados en el CUADRO DE PARÁMETROS DE ESTANDARIZACION DEL METODO (Estandarización de Métodos Analíticos, TP 0131). Los resultados por



debajo del LDM se deben reportar como < (menor que), seguido del valor del LDM obtenido en la estandarización.

NOTA: Para el caso particular del laboratorio del IDEAM, y teniendo en cuenta que todos los resultados que se reportan son cuantitativos, el LDM así definido corresponde realmente a un LIMITE DE CUANTIFICACION.

Blanco de Laboratorio o Blanco de Método (Bk): Es un sistema físico que no contiene muestra real y por consiguiente no debería contener el analito de interés, pero que debe contener todos los reactivos que se utilizan en el método de análisis, y ser sometido a las mismas condiciones y al mismo procedimiento que las muestras reales y los estándares. En lugar de muestra, el volumen faltante se completa con agua grado reactivo que deberá tener la calidad recomendada por el método respectivo (Ej: destilada, desionizada, ultrapura).

#### 4. PERFIL PROFESIONAL

Las actividades de Control de Calidad están lideradas por el Oficial de Calidad y por el Líder de Análisis Físico Químico, los cuales deben ser profesionales del área química con experiencia comprobable en análisis químico y en control de calidad analítica. Todos los analistas deben conocer el Sistema de Calidad implementado en el laboratorio, los controles de calidad analítica establecidos y cada uno de los lineamientos y directrices de este documento, con el fin de aplicarlos en cada uno de los procedimientos analíticos que ejecuten.

#### 5. LINEAMIENTOS PARA EL CONTROL DE CALIDAD

##### 5.1. Control de Calidad

Para que el laboratorio pueda producir resultados de alta calidad y confiabilidad, garantizando que el proceso de medición sea exacto, confiable y adecuado, se han implementado actividades y procedimientos tendientes a controlar, detectar, minimizar, trazar, garantizar y asegurar que todos los procesos de medida del laboratorio se están ejecutando dentro de las especificaciones definidas para producir el resultado. En su conjunto, estas actividades y procedimientos se denominan Control de Calidad y junto con la Evaluación de la Calidad son parte de la Garantía de la Calidad.

##### 5.2. Componentes del Programa de Control de Calidad.

El programa de control de calidad intra-laboratorio es un elemento esencial de las actividades del laboratorio y se aplica a todos los pasos del proceso analítico, empezando por la información sobre la casuística ambiental particular y de su entorno mas relevante, continuando con el diseño del sistema de monitoreo, la toma



de muestras, su recepción en el laboratorio, el análisis físico, químico, biológico o microbiológico y, finalmente, el reporte de datos. Cada sección del laboratorio debe realizar con la frecuencia indicada los procedimientos de control de calidad que establezca el programa.

### 5.3. Procedimientos de control de calidad intra-laboratorio

Para el laboratorio se establecen los siguientes instrumentos, actividades y procedimientos con el propósito de generar datos analíticos confiables:

5.3.1. Análisis de Blanco de Laboratorio o Blanco de Método, BK: consiste en correr a través de todo el método y en las mismas condiciones en que se corren las muestras y paralelamente a éstas, por los menos un BK, lo cual se considera suficiente para la mayoría de los métodos. Para algunos métodos no se requiere correr BK y para otros se requiere mas de uno, casos en los cuales el analista se debe ceñir a lo dispuesto en el PSO correspondiente.

5.3.2. Análisis de Controles: A menos que en el PSO se indique lo contrario, con cada lote de muestras se deben correr dos controles cuya concentración está previamente establecida en el PSO del método respectivo. Normalmente, hay una concentración baja (cercana al LDM) y una concentración alta. Sin embargo en los métodos electrométricos y de absorción atómica donde se puede presentar cierta inestabilidad en la lectura, el analista a su juicio puede verificar el comportamiento leyendo nuevamente los controles. Tan pronto se obtengan los resultados de los controles, el analista debe verificar si están dentro de los límites de control. Si no están dentro de estos límites, debe informar inmediatamente al Líder de Análisis para discutir sobre las probables causas y las acciones inmediatas a seguir.

5.3.3. Análisis de Duplicados: Para cada lote de hasta 20 muestras, el analista seleccionará en forma aleatoria una muestra para correrla por duplicado. Para lotes con mas de 20 muestras, procese un duplicado por cada 20 muestras. Ni el testigo ni el adicionado se deben tomar como duplicado a menos que lo autorice el Líder de Análisis o el Oficial de Calidad, en casos especiales. Si la diferencia entre duplicados es mayor del 10% el analista debe repetir inmediatamente el análisis de esa muestra por duplicado y dejar la anotación correspondiente en la hoja de captura de datos. Si persiste la diferencia, debe informarle inmediatamente al Líder de Análisis.

5.3.4. Estandarización de soluciones titulantes: Cuando se trabaje métodos volumétricos, el analista debe valorar o estandarizar la solución titulante el mismo día y en forma previa a la lectura de muestras. Si el mismo día se va a procesar posteriormente otro lote de muestras, ya no es necesario volver a



**LINEAMIENTOS DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICA**

valorar el titulante siempre y cuando esta solución sea manejada siguiendo las condiciones descritas en el PSO.

- 5.3.5. **Análisis de Testigos y Adicionados:** Estos controles de campo se procesan dentro de un lote de muestras aplicando el método de análisis correspondiente y el resultado se expresa sin redondeo de cifras. Para el caso de los testigos, el contenido del frasco (unos 20 mL aproximadamente) se lleva cuantitativamente a un balón aforado de 500 mL con agua grado reactivo, calidad especificada por el método y se completa a volumen. Para los adicionados, el analista debe medir el volumen que llegó en la botella marcada como adicionado. Si la muestra se filtra, mida el volumen antes de la filtración. Registre en la botella, en la hoja de captura de datos y en el formato de filtración el volumen de líquido.
- 5.3.6. **Análisis de Contramuestras:** Será realizado dentro de un lote de muestras por el analista encargado del método y por solicitud del Líder de Análisis. Los resultados se deben registrar en la hoja de captura de datos con el nombre Contramuestra seguido de la letra mayúscula que identifica cada Testigo y Adicionado.
- 5.3.7. **Registros en cartas de control:** Tan pronto como el analista termine los procesos de análisis, cálculo de datos y diligenciamiento total de la hoja de captura de datos, debe registrar en la carta de control correspondiente, los valores obtenidos para los Estándares de Control, sin redondeo de cifras y verificando en primera instancia si están dentro de los límites de control (LSC y LIC). Si uno de los dos controles cae por fuera de estos límites, debe informar inmediatamente al líder de análisis o al Oficial de calidad, para tomar las acciones del caso.
- 5.3.8. **Manejo de Patrones y Soluciones de Trabajo:** Las soluciones patrón (concentradas) se preparan con la frecuencia que su estabilidad lo requiera o cada vez que se agoten, y se almacenan refrigeradas a 5°C. Toda solución patrón nueva debe ser verificada contra la solución patrón precedente para garantizar la continuidad. Las soluciones estándar intermedias y de trabajo se preparan como se especifica en los protocolos analíticos, de tal manera que cubran los diferentes intervalos analíticos. El tiempo de vida útil de las soluciones intermedias depende principalmente de la estabilidad del analito, de la matriz en que se preparan y de las condiciones de preservación; las soluciones de trabajo se deben preparar diariamente. Tanto los patrones como las soluciones intermedias tienen en el rótulo la fecha de vencimiento la cual debe ser tomada en cuenta por cada analista y por ningún motivo deberá utilizar soluciones vencidas. En el momento de preparación de las soluciones patrón e intermedias así como de los reactivos preparados para cada método analítico, la misma persona que los prepara debe hacer el registro en el libro



**LINEAMIENTOS DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICA**

“Registro de patrones y reactivos preparados”, TL0111, siguiendo estrictamente las instrucciones que aparecen en su primera página. Igualmente colocará el rótulo respectivo en el frasco de almacenamiento.

#### 5.4. Expresión de resultados

##### 5.4.1. Unidades

Se debe emplear el Sistema Internacional de Unidades (SI) y los resultados se expresan en general en miligramos por litro (mg/L). Registre con dos cifras significativas, con excepción de los PSO que indiquen lo contrario. En valores mayores a 999 reporte con tres cifras significativas.

##### 5.4.2. Redondeo

Para redondear se eliminan los dígitos que no son significativos. Si se elimina un dígito de valor 6, 7, 8 o 9, se aumenta el dígito precedente en una unidad. Si se elimina un dígito de valor 1, 2, 3, o 4, no se altera el dígito precedente. Si se elimina el dígito 5, se redondea el dígito precedente al número par más próximo (7,65 se convierte en 7,6 y 7,75 en 7,8); si dicho dígito 5 está seguido de otros diferentes a 0, se aumenta el dígito precedente en una unidad (7,651 se convierte en 7,7 y 7,751 en 7,8).

Como regla práctica, cuando se multipliquen o dividan varios números, redondear el resultado con el mismo número de cifras significativas que el factor con menos cifras significativas; cuando se suman o restan números, el límite en la cantidad de dígitos que pueden reportarse lo establece el número que posee la menor cantidad de cifras decimales, y no necesariamente el de menos cifras significativas.

El analista no debe hacer redondeo de cifras en cálculos intermedios ni en lecturas instrumentales, solamente en el dato final a reportar.

##### 5.4.3. Ceros ambiguos.

El dígito 0 puede registrar un valor medido cero o servir simplemente como elemento de espaciado para situar la coma decimal; los ceros situados a la izquierda de otros dígitos nunca son significativos (por ejemplo, en 0,0017); los ceros situados entre dígitos siempre son significativos (por ejemplo, en 10,05 o 307); los ceros situados a la derecha de otros dígitos pueden ser significativos o no serlo (por ejemplo, 20,0 o 170).

En ocasiones se eliminan ceros significativos sin una razón válida; por ejemplo, si se lee en una bureta 12,40 mL, debe registrarse como tal y no como 12,4 mL; el primer número indica que el analista se ha tomado el trabajo de valorar la segunda cifra decimal, en cambio 12,4 mL indicaría una lectura más bien descuidada de la bureta.

No se registran datos en notación científica, exceptuando el reporte de métodos microbiológicos.