



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción

“Levantamiento de Información para la Acreditación ISO 17025
del Laboratorio de Bromatología de la FIMCP en el Parámetro
Humedad”

TESIS DE GRADO

Previo a la obtención del título de:

INGENIERO EN ALIMENTOS

Presentada por:

Leonardo Alexi Cárdenas Moreno

GUAYAQUIL – ECUADOR

Año: 2013

AGRADECIMIENTO

A toda mi familia y amigos
que de una u otra forma
ayudaron a la realización
de esta tesis.

DEDICATORIA

A MIS PADRES

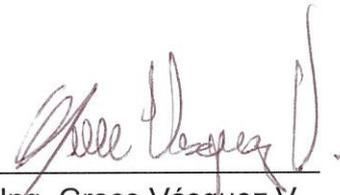
A MI FAMILIA

A MIS AMIGOS

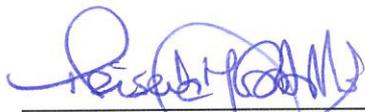
TRIBUNAL DE GRADUACIÓN



Dr. Kleber Barcia V., Ph.D.
DECANO DE LA FIMCP
PRESIDENTE



Ing. Grace Vásquez V.
DIRECTORA DE TESIS



M.Sc. Priscila Castillo S.
VOCAL



CIB - ESPOL

DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, me corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”

(Reglamento de Graduación de la ESPOL).



Leonardo Alexi Cárdenas Moreno

RESUMEN

El presente trabajo desarrolló un sistema de gestión de calidad ISO 17025 en el Laboratorio de Bromatología de la Facultad de Ingeniería de Mecánica y Ciencias de la Producción de la ESPOL. El Sistema de Gestión establecido, deja asentados los requisitos generales y técnicos para demostrar la competencia técnica del ensayo de humedad por dos métodos diferentes.

Este proyecto detalla de manera completa la organización del laboratorio, establece su política de calidad, alcances y cómo se desarrollan los procedimientos de los requisitos de gestión y técnicos, Estos documentos conllevan a la creación de formatos que sirven como sustento del cumplimiento del sistema en sí.

La ISO 17025, especifica como parte del aseguramiento de resultados, que todo método de ensayo debe ser validado y analizado estadísticamente, para lo cual se realizó una serie ensayos del parámetro Humedad, por método convencional y rápido, usando material de referencia certificado. Los datos recopilados fueron tabulados y con éstos se realizó un análisis de varianza para obtener la precisión, exactitud, incertidumbre y determinar que no exista una diferencia significativa entre los resultados de los diferentes métodos.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
RESUMEN.....	I
ÍNDICE GENERAL.....	II
ABREVIATURAS.....	III
SIMBOLOGÍA.....	VI
ÍNDICE DE FIGURAS.....	VII
ÍNDICE DE TABLAS.....	VIII
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1	
1. ANTECEDENTES Y JUSTIFICACIÓN.....	4
1.1. Descripción del Problema.....	8
1.2. Humedad en Alimentos.....	9
1.3. Documentación Preliminar.....	10
1.4. Comité de Calidad.....	11
1.5. Alcance.....	12
CAPÍTULO 2	
2. REQUISITOS GENERALES.....	15
2.1. Organización.....	15
2.2. Sistema Gerencial.....	19

2.3. Control de Documentos.....	25
2.4. Compras.....	29
2.5. Control de Trabajo no Conforme.....	31
2.6. Mejora.....	33
2.7. Acciones Correctivas.....	33
2.8. Acciones Preventivas.....	34
2.9. Control de Registros.....	35
2.10. Auditorías Internas.....	36
2.11. Revisión de la Dirección.....	36

CAPÍTULO 3

3. REQUISITOS TÉCNICOS.....	38
3.1. Personal.....	38
3.2. Métodos de Ensayo.....	40
3.3. Equipos.....	44
3.4. Trazabilidad de la Medición.....	47
3.5. Muestreo.....	49
3.6. Manipulación de Muestras.....	49
3.7. Aseguramiento de Resultados.....	51
3.8. Reporte de Resultados.....	52

CAPÍTULO 4

4. IMPLEMENTACIÓN DE MÉTODOS.....	56
4.1. Procedimiento Técnico.....	57
4.1.1. Método Convencional.....	58
4.1.2. Método Rápido.....	60
4.2. Instructivos.....	63
4.3. Registros.....	65
4.4. Proceso de Validación (Anova)	66
4.5. Estimación de la Incertidumbre.....	80
4.6. Pruebas de Competencia.....	86

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	88
--	----

APÉNDICES

BIBLIOGRAFÍA

ABREVIATURAS

IAL	Ingeniería en Alimentos
AOAC	Association of Official Analytical Chemist
ISO	Organización Internacional de Estandarización
ANOVA	Análisis de Varianza
ILAC	Organismo Regulador
IAAC	Cooperación Interamericana Acreditación
APLAC	Organismo Regulador
OAE	Organismo de acreditación ecuatoriano
INEN	Instituto Ecuatoriano de Normalización
EPA	Agencia de Protección Ambiental
ENAC	Entidad Nacional de Acreditación
IEC	International Electrotechnical Commission
EN	Norma Europea
PDCA	Plan do Check Act
FIMCP	Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción

SIMBOLOGÍA

°C	Grados Centígrados
S^2, V, Var	Varianza
SD, S	Desviación Estándar
Sr	Repetibilidad
SR	Reproducibilidad
%CV	Desviación Estándar Relativa
X, u	Media
C	Concentración del Parámetro Analizado
mg/L	Miligramos por Litro
U	Incertidumbre Expandida
u_c	Incertidumbre Combinada
PT	Proficiency Testing
K	Factor de Cobertura
Adim.	Adimensional
k,p,n	Estadísticos de ANOVA
v	Grados de Libertad

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.1 Organigrama Modificado de la ESPOL.....	17

ÍNDICE DE TABLAS

		Pág.
Tabla 1	Codificación de Documentos.....	26
Tabla 2	Instructivos ISO 17025.....	64
Tabla 3	Registros ISO 17025.....	66
Tabla 4	Diseño Experimental.....	69

INTRODUCCIÓN

Para una universidad que realiza investigación o ensayos con fines netamente pedagógicos es imprescindible asegurar que los resultados y mediciones obtenidas en sus laboratorios sean confiables y reproducibles bajo condiciones específicas. La Organización Internacional de Normalización (ISO) establece en su norma 17025 los requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.

El presente proyecto de tesis tiene el objetivo de proveer al Laboratorio de Bromatología de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción de los lineamientos, requisitos y documentación base para el cumplimiento de la Norma ISO 17025, que le permita demostrar su competencia técnica. Se propone cimentar las bases para la acreditación de dos métodos de análisis para el parámetro de Humedad, el cual es de gran importancia en la industria alimentaria, ya que por mucho tiempo ha sido un factor relevante en la conservación de los alimentos.

El laboratorio cuenta con dos métodos para realizar la determinación del parámetro de humedad, método convencional y método rápido, lo cual genera la duda de si los resultados son reproducibles y exactos, o si el método convencional es el más adecuado. Por esto, se plantea estandarizar ambos procedimientos de ensayo y establecer su respectivo proceso de

validación estadística mediante un análisis de varianza (ANOVA), cálculo de incertidumbre del método y diferencias estadísticas entre las medias.

Los formatos y procedimientos estadísticos generados serán aplicables a los métodos para determinación de humedad pero no estarán limitados solo a ellos, siendo posible validar cualquier método fisicoquímico bajo las mismas pautas.

Objetivo General:

Levantar un sistema de gestión ISO 17025 con el fin de demostrar competencia técnica en los ensayos de humedad, realizados en el laboratorio de bromatología de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción.

Objetivos Específicos:

- Desarrollar los procedimientos de gestión, procedimientos técnicos, formatos e instructivos para los métodos que se validaran.
- Elegir la matriz de alimento adecuada para la validación del parámetro de humedad.
- Determinar la configuración adecuadas para obtener resultados reproducibles en la determinación de humedad por método rápido.
- Validar estadísticamente la determinación de humedad en alimentos por método convencional y termo-balanza y evaluar las diferencias entre los

resultados obtenidos.

- Calcular el valor de incertidumbre (+/-) para los resultados de los métodos validados.

CAPÍTULO 1

1. ANTECEDENTES Y JUSTIFICACIÓN

La palabra calidad designa el conjunto de atributos o propiedades de un objeto que permite emitir un juicio de valor acerca de él; en este sentido se habla de la nula, poca, buena o excelente calidad de un objeto. Cuando se dice que algo tiene calidad, se refiere a un juicio positivo con respecto a las características del objeto. El organismo que crea las pautas para un proceso de calidad uniforme es la ISO.

La Organización Internacional de Normalización o ISO, nacida tras la Segunda Guerra Mundial, es el organismo encargado de promover el desarrollo de normas internacionales de fabricación, comercio y comunicación para todas las ramas industriales a excepción de la eléctrica y la electrónica. Su función principal es la de buscar la

estandarización de normas de productos y seguridad para las empresas, Universidades u organizaciones a nivel internacional.

La ISO es una red de los institutos de normas nacionales de 163 países, sobre la base de un miembro por país, con una Secretaría Central en Ginebra (Suiza) que coordina el sistema. La Organización Internacional de Normalización (ISO), con sede en Ginebra, está compuesta por delegaciones gubernamentales y no gubernamentales subdividida en una serie de subcomités encargados de desarrollar las guías que contribuirán al mejoramiento ambiental.

Las normas desarrolladas por ISO son voluntarias, comprendiendo que ISO es un organismo no gubernamental y no depende de ningún otro organismo internacional; por lo tanto, no tiene autoridad para imponer sus normas a ningún país. El contenido de los estándares está protegido por derechos de copyright y para acceder a ellos, el público corriente debe comprar cada documento.

Está compuesta por representantes de los organismos de normalización (ON) nacionales, que produce normas internacionales industriales y comerciales. Dichas normas se conocen como Normas ISO y su finalidad es la coordinación de las normas nacionales, en consonancia con el Acta Final de la Organización Mundial del Comercio, con el propósito de facilitar el comercio, el intercambio de

información y contribuir con normas comunes al desarrollo y a la transferencia de tecnologías.

La Organización ISO está compuesta por tres tipos:

- Miembros simples, uno por país, recayendo la representación en el organismo nacional más representativo.
- Miembros correspondientes, de los organismos de países en vías de desarrollo y que todavía no poseen un Comité Nacional de normalización. No toman parte activa en el proceso de normalización pero están puntualmente informados acerca de los trabajos que les interesa.
- Miembros suscritos, países con reducidas economías a los que se les exige el pago de tasas menores que a los correspondientes.

Norma ISO 17025: es una normativa internacional desarrollada por ISO (International Organization for Standardization) en la que se establecen los requisitos que deben cumplir los laboratorios de ensayo y calibración. Se trata de una norma de Calidad, la cual tiene su base en la serie de normas de Calidad ISO 9000. Aunque esta norma tiene muchos aspectos en común con la norma ISO 9001, se distingue de la anterior en que aporta como principal objetivo la acreditación de la competencia de las entidades de Ensayo y Calibración, por las entidades regionales correspondientes.

Esta norma es aplicada por los laboratorios de ensayo y calibración con el objetivo de demostrar que son técnicamente competentes y de que son capaces de producir resultados técnicamente válidos.

La Norma ISO IEC 17025 sustituye a las anteriores Guía ISO IEC 25 (General Requirements for the Competence of Calibration and Testing Laboratories) 2 y a la Norma Europea EN 45001 (Criterios generales para el funcionamiento de los laboratorios de ensayo [UNE, 1991]) aportando nuevos requisitos en los aspectos de las responsabilidades y compromiso de la alta dirección y poniendo mayor énfasis en la mejora continua según el método PDCA y la interlocución con el cliente. [1]

En España fue publicada en julio del 2000 como la UNE-EN ISO/IEC 17025, siendo una traducción de la norma europea [UNE, 2000], de la cual se desprenden los criterios para la certificación de los laboratorios establecidos por la Entidad Nacional de Acreditación (ENAC).

La calidad en laboratorios de ensayo, se basa en controlar los resultados que emite el Laboratorio. Esto es muy importante porque la calidad de los resultados analíticos puede afectar a la salud de las personas y puede traer importantes consecuencias económicas. Para

controlar la calidad del Laboratorio se pone en marcha el “Programa de Control de Calidad”.

1.1. Descripción del Problema

La Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción (FIMCP), cuenta con el Laboratorio de Bromatología. Este laboratorio es dirigido por la Coordinación de Ingeniería en Alimentos y cuenta con los equipos y personal calificado para implementar métodos oficiales, desarrollar estudios y ensayos; sin embargo, no cuenta con un sistema de gestión que demuestre su competencia técnica a nivel nacional o internacional.

A nivel mundial todos los países tienen una o más organizaciones responsables de la acreditación de sus laboratorios nacionales. La mayoría de estos organismos acreditadores han adoptado la Norma ISO/IEC 17025 como la base de acreditación de sus laboratorios de pruebas y calibración. Esto ha ayudado a los países a emplear un enfoque uniforme para determinar la competencia de un laboratorio, y por lo tanto, ha animado también a los laboratorios a adoptar prácticas de pruebas y medición internacionalmente aceptadas, donde sea posible.

La necesidad de Acreditar un laboratorio se hace evidente debido al beneficio del reconocimiento internacional, lo que permite que sus resultados sean más fácilmente aceptados en mercados del extranjero o por organismos estandarizadores. Este reconocimiento ayuda a reducir costos a los fabricantes y exportadores que utilizan laboratorios acreditados para efectuar pruebas en sus productos o materiales, reduciendo o eliminando la necesidad de repetir pruebas en el país de importación.

1.2. Humedad en Alimentos.

La determinación de humedad puede ser el análisis más importante que se lleva a cabo en un producto alimentario y sin embargo, puede ser el análisis del que es más difícil obtener resultados exactos y precisos. La materia seca que permanece en el alimento posterior a la remoción del agua se conoce como sólidos totales. Este valor analítico es de gran importancia económica para un fabricante de alimentos. [2]

- El contenido de humedad es un factor de calidad en la conservación de algunos productos, ya que afecta la estabilidad de: frutas y vegetales deshidratados, leches deshidratadas; huevo en polvo, papas deshidratadas y especias.

- El contenido de humedad de los alimentos varía enormemente. El agua es un constituyente principal en la mayoría de los productos alimenticios. La forma de preparar la muestra para este análisis quizá sea la fuente de error potencial más grande, así que se deben tomar precauciones para minimizar las pérdidas o ganancias de agua inadvertidas que ocurren durante estos pasos. Obviamente, cualquier exposición de la muestra a la atmósfera abierta debe ser tan breve como sea posible. Se debe minimizar cualquier probabilidad de calentamiento de la muestra mientras se muele. La pérdida de humedad de la muestra se manifiesta en forma lineal con respecto a la humedad relativa ambiental. [3]

1.3. Documentación Preliminar.

Para todo laboratorio en proceso de acreditación o en el que se desee establecer un Sistema de Gestión de Calidad para demostrar su competencia técnica, es un requisito tener a su disposición un ejemplar de la Norma ISO/IEC 17025:2005 en español o en inglés. En un Sistema de Gestión de Calidad es necesario que todo lo que esté involucrado con el análisis sea trazable hasta su origen. Por lo tanto; equipos, patrones, material de referencia, reactivos, material volumétrico y personal técnico,

deben cumplir con los estándares internacionales, de acuerdo a los requerimientos del análisis. [1]

En lo referente a equipos, éstos deben ser calibrados periódicamente por una empresa calificada y el informe emitido, debe ser archivado junto con el Manual del equipo. Todo lo que se use durante el análisis, directa o indirectamente y que influya en el resultado, debe tener un Certificado de Calidad proporcionado por el proveedor que verifique su idoneidad para el trabajo en el que será utilizado.

1.4. Comité de Calidad

Crear e implementar un Sistema de Calidad no es tarea fácil, por lo tanto, la creación de un Comité de Calidad y el nombramiento de un Director de Calidad se convierte en un paso imperativo. El cargo de Director de Calidad puede ser desempeñado por el Director Técnico o una persona ajena al área técnica dentro de la acreditación. El resto de integrantes del Comité de Calidad estará conformado por los representantes técnicos de las áreas dentro del alcance de la acreditación.

Entre las tareas del Comité de Calidad se encuentra el establecimiento de sistemas de control y evaluación que serán

coordinados por el Director de Calidad. A su vez, el Comité de Calidad, analizará los temas relacionados con la política de la calidad y propondrá las directrices y las acciones en materia de calidad, de acuerdo con los objetivos. [1]

1.5. Alcance

Antes de empezar a trabajar en este proyecto, fue primordial tomar en consideración que tan complejo debería ser el sistema y si era necesario acreditar el sistema ante un organismo regulador o lo suficientemente completo y simple, para cumplir con los estándares de competencia establecidos por la Norma ISO/IEC 17025:2005. Para cualquiera de los dos casos, el laboratorio y su personal debían estar comprometidos con el mantenimiento diario que requería el Sistema de Calidad. [1]

La decisión final de qué tan detallado fuera el alcance recayó en el Director de Calidad y en el Comité de Calidad. Para este proyecto, cuyo objetivo es cimentar las bases del sistema de gestión, se dispuso plantear los lineamientos para la acreditación de 2 métodos para un mismo parámetro y de una sola área técnica. El parámetro para el cual se enfocó el sistema de calidad en este proyecto fue la Humedad, debido a su importancia para el desarrollo de una nueva tecnología en la

conservación de alimentos. Este parámetro fue determinado por dos métodos distintos y ambos aceptados ampliamente a nivel mundial.

El primer método se lo denomina Método de la Estufa y es el más común y difundido en laboratorios de ensayo o de calidad en plantas de procesamiento de alimentos, es el método más antiguo y a su vez el más preciso. Su única desventaja es el tiempo de análisis el cual puede llegar a extenderse a varias horas.

El segundo método para la determinación de la Humedad es el Secado rápido por Termobalanza que consiste en utilizar un equipo que consta de una balanza de precisión y una lámpara infrarroja, como fuente de calor en un ambiente controlado y directo. Este procedimiento presenta una rapidez y facilidad que no presentan otros métodos convencionales.

Otro tópico importante durante el establecimiento del alcance es conocer si la Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción (FIMCP) está dispuesta a certificar el laboratorio y asumir todos los gastos que esto con lleva, o simplemente el laboratorio seguirá sólo los principios de la Norma.

Acreditar un laboratorio es costoso y requiere de una renovación anual o cada dos años, según lo disponga el organismo acreditador. Para un laboratorio que presta servicios, la decisión de acreditar es más sencilla, debido a que se puede incluir el gasto porcentual de la acreditación en el costo del análisis. Para el caso del Laboratorio de Bromatología, el cual no se dedica a una acción comercial pero si la de investigación y desarrollo, queda la opción de seguir los principios de la Norma ISO/IEC 17025:2005 en los puntos que le competen.

CAPÍTULO 2

2. REQUISITOS GENERALES

2.1. Organización

El Laboratorio de Bromatología de la carrera Ingeniería de Alimentos de la FIMCP, es un laboratorio ubicado en el Sector de la Prosperina en la ciudad de Guayaquil, Ecuador y fue creado en el año 2010 y se dedica a brindar servicios de análisis con fines pedagógicos o de investigación.

El Jefe del Laboratorio se dedica exclusivamente a la ejecución y supervisión de ensayos realizados por los estudiantes. La ESPOL cuenta con una estructura organizacional basada en la

Norma ISO 9001 que es completamente compatible con los requerimientos organizacionales de la Norma ISO 17025 y puede ser usada para describir la estructura organizacional del Laboratorio de Alimentos, donde el Jefe del Laboratorio funge como Director de Calidad y responsable técnico de los análisis realizados allí. [1]

La coordinación de la carrera de Ingeniería en Alimentos, lleva un control y seguimiento de las actividades o necesidades del laboratorio. Los cargos, responsabilidades y funciones del personal clave en el sistema de gestión de la calidad de ensayos. La interacción entre los mismos, se encuentra definida en el Manual de Funciones interno y limitado al Laboratorio de Bromatología. El Manual de Funciones se encuentra en el APÉNDICE A y tiene el código IAL-MN-02.

La figura 1.1 ilustra el organigrama que la ESPOL desarrolló para la Certificación ISO 9001, con una ligera modificación que fue la de incluir al auxiliar de laboratorio, el cual generalmente es un estudiante.



FIGURA 1.1 MODIFICACIÓN DEL ORGANIGRAMA DE LA FIMCP.

El personal encargado de las distintas áreas que conforman los laboratorios pertenecientes a la carrera Ingeniería de Alimentos, está calificado, es competente para la realización de su trabajo y no está involucrado en actividades que afecten su independencia.

Posterior a la contratación de nuevo personal, en una charla se informó que no se deben involucrar en actividades comerciales, financieras o de otro tipo, que pudieran afectar su trabajo y los resultados del mismo. Al finalizar la charla, se registró la

asistencia y aceptación de lo expuesto. La mencionada charla y el compromiso, se renuevan cada año, de acuerdo a los lineamientos ISO 9001.

Durante el entrenamiento y en el desarrollo de actividades normales de trabajo, el personal o estudiantes serán supervisados por el responsable técnico del área y/o del Coordinador IAL.

Es importante que su personal se encuentre consciente de la relevancia de sus actividades y la forma en que las mismas aportan en alcanzar los objetivos planteados y limitados a los Laboratorios de la carrera de Ingeniería en Alimentos. No puede tomarse los objetivos de la ESPOI debido a que éstos no están enfocados en el desarrollo competente y reproducible de los ensayos de laboratorio.

Los objetivos internos del laboratorio son:

- Brindar al estudiante la guía técnica y el equipo necesario para asegurar la repetitividad y reproducibilidad de cualquier ensayo.
- Desarrollar métodos acordes a las necesidades del mercado y las regulaciones locales e Internacionales.

- Capacitar periódicamente al personal técnico.
- Cumplir con los Procedimientos y Políticas implementadas.
- Aprobar las Pruebas Interlaboratorios en las que participe.
- Mejorar, de forma continua, las Acciones Preventivas, Correctivas, Auditorías internas y las sugerencias internas o externas.

Las comunicaciones entre y para el personal debe ser abierta, y no limitada a correos electrónicos, reuniones interpersonales, charlas, etc.

2.2. Sistema Gerencial.

El Laboratorio de Ingeniería en Alimentos (IAL), ha implementado un sistema de Calidad basado en:

Nivel 1

- Manual de Calidad, incluye las diversas Políticas del Sistema de Gestión y de los requisitos técnicos.
- Manual de Funciones, detalla las responsabilidades, autoridad, funciones, y suplentes del personal clave.

Nivel 2

- Procedimientos Generales: Detalla el alcance, responsables, y actividades de los procesos ejecutados en el Laboratorio IAL.
- Procedimientos Técnicos: Desarrolla el Alcance, Responsable, Equipos, Reactivos y descripción del método en general.

Nivel 3

- Instrucciones de trabajo, explica en forma resumida las acciones de un determinado proceso.

Nivel 4

- Registros. Formatos elaborados con el fin de documentar los diversos procedimientos o instrucciones ejecutadas.
- El Laboratorio IAL ha definido una Política de Calidad, en cumplimiento con los requisitos de la Norma ISO 17025: 2005.

POLÍTICA DE CALIDAD

La ESPOL ha implementado una política de calidad y misión; sin embargo, esta política no refleja el alcance de la Norma ISO 17025 respecto a la parte técnica, por lo cual el Laboratorio desarrolla su propia Política de Calidad, la cual en ningún momento contradice la Política de Calidad de la ESPOL.

El Laboratorio IAL, se ha comprometido a desarrollar sus actividades bajo el esquema del mejoramiento continuo, siguiendo los lineamientos de un Sistema de Gestión de Calidad, basado en la Norma ISO-IEC 17025, con el fin de garantizar la satisfacción de estudiantes y usuarios del laboratorio a través de la prestación de servicios con criterios de calidad, caracterizados por su competencia y confiabilidad.

Dentro de sus compromisos están:

- Crear conciencia en su personal de la pertinencia e importancia de sus actividades y de la manera en que contribuye al logro de los objetivos del Sistema de Gestión de la Calidad.
- Asegurarse que su personal trabaja según la buena práctica profesional y que se mantiene independiente de cualquier actividad técnica o comercial que pudiera comprometer su juicio técnico en los análisis que ejecuta.
- Participar en ensayos interlaboratorios, de forma que se cubran todos los análisis, objeto de la acreditación, para asegurar la calidad de los análisis y de los ensayos.
- Facilitar los recursos materiales y humanos que sean necesarios para el cumplimiento de la Norma, Políticas y Procedimientos del Sistema de Gestión de Calidad

implementado.

El Laboratorio IAL mejora continuamente la eficacia de su Sistema de Gestión de la Calidad mediante la aplicación de la Política, de fijación de 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.

DIRECTOR DE CALIDAD

El Director de Calidad es el encargado de establecer, implementar y mantener el Sistema de Calidad interno del Laboratorio, en conjunto con el sistema documental ISO 9001 de la ESPOL. De igual forma se encarga que todos los documentos, que formen parte del mismo, sean entendidos, aplicados y estén disponibles para el personal involucrado en el Sistema de Calidad. El Director de Calidad y su suplente en ausencia del Director de Calidad, es responsable y tiene la autoridad para:

- Elaborar Manuales, Procedimientos, Políticas, Instructivos y formatos que forman parte del Sistema de Calidad.
- Proporcionar a los estudiantes sólidos conocimientos de los fundamentos de la Ingeniería en Alimentos en las áreas de Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Alimentos.

- Incentivar la investigación para que los estudiantes sean capaces de mantenerse al día con los adelantos científicos y tecnológicos del sector.
- Revisar que los documentos generados para el Sistema de Calidad se encuentren acordes a los requisitos de la Norma ISO 17025: 2005 y al Sistema de Calidad implementado.
- Distribuir los documentos aprobados, al personal involucrado en el Sistema de Calidad.
- Implementar, Mantener, Controlar el Sistema de Calidad acorde a la Norma ISO 17025: 2005.
- Recibir y Revisar las solicitudes de cambio en los documentos del Sistema de Calidad.
- Controlar el llenado completo y correcto de los registros de Calidad.
- Evaluar la Programación de las actividades de Mantenimiento, Verificación y/o Calibración de equipos o instrumentos del laboratorio.
- Solicitar y Programar la ejecución de las Pruebas de Competencia, Interlaboratorio y de Materiales de Referencia con el fin de Asegurar la Calidad en los Resultados.
- Recibir y monitorear el tratamiento y cierre de las acciones Correctivas, preventivas y Oportunidades de mejora.

- Capacitar y evaluar a los Auditores Internos o designar la capacitación de los mismos.
- Programar junto con el personal del laboratorio las auditorías internas.
- Controlar el uso del logotipo de acreditación en las cotizaciones, reportes de ensayo o publicidad.
- Coordinar las Reuniones de Revisión Gerencial.
- Elaborar y distribuir el informe de la Reunión de Directivos IAL.
- Capacitar y actualizar de forma constante al personal del laboratorio en los Manuales, Procedimientos, Instrucciones y Formatos del Sistema de Calidad.

El Coordinador IAL y/o Director de Calidad constantemente revisa, actualiza e informa al personal acerca del cumplimiento con las regulaciones nacionales e Internacionales. Mediante controles permanentes del cumplimiento de políticas, procedimientos, y registros; Capacitación y concientización al personal, se asegura el mantenimiento, incluyendo cambios mejoras, de la integridad del Sistema de Calidad.

2.3. Control de Documentos

El control de documentos, establece la forma en que se controlan los documentos internos y externos que forman parte del sistema de Calidad (elaboración, actualización, revisión y aprobación), pero no limitándose a las regulaciones, normativas, métodos de ensayo, software, especificaciones, instrucciones y Manuales. [1]

La ESPOL ha señalado el control de documentos en su Sistema de Gestión ISO 9001:2008; sin embargo, el Laboratorio de Alimentos, manejará independientemente el control de documentos generados para la conducción del laboratorio.

Elaboración y revisión de documentos:

Cualquier miembro del laboratorio puede elaborar un documento (Manual, procedimiento, instructivo o formato) que forme parte del Sistema de Gestión de Calidad. Finalizada la elaboración del documento, se lo entrega, vía electrónica, al Director de Calidad para su revisión utilizando los criterios de Calidad y de ser un documento técnico, al responsable técnico del área para su cumplimiento, de acuerdo los requisitos técnicos. El Director de

Calidad revisa que el documento cumpla con los requisitos de la Norma ISO 17025. [1]

El Director de Calidad asigna la codificación de acuerdo a la Lista de Documentos del Laboratorio IAL (IAL-RG-001, ver APÉNDICE B), así:

- a. Las siglas IAL correspondiente a Ingeniería de Alimentos.
- b. Los códigos correspondientes al tipo de documento de acuerdo a la siguiente tabla:

TABLA 1

CODIFICACIÓN DE DOCUMENTOS

Código	Tipo de Documento
MN	Manuales
PG	Procedimientos
IT	Instructivos
RG	Registros

Elaborado por Leonardo Cárdenas, 2013

- c. Número consecutivo, asignado de acuerdo a la lista maestra.
- d. Si el documento cumple con los requisitos, se pasa para aprobación del Coordinador IAL o del Director de Calidad.

Aprobación y emisión de documentos

- a. Los documentos del Sistema de Calidad, emitidos para el personal del laboratorio son revisados por el Director de Calidad y/o Responsable Técnico, y aprobados por el Coordinador IAL previo a su distribución.
- b. La lista de documentos del Laboratorio IAL, IAL-RG-001 (Apéndice B), es el formato en el cual se asignan los códigos (Identificación única) y se registra la última edición (actualizada) y distribución, incluyendo número de documentos distribuidos (físicos o electrónicos).
- c. La lista de documentos del Laboratorio IAL sirve para el control de los documentos en el Sistema de Gestión de Calidad, evitando que el personal use documentos inválidos u obsoletos. La lista maestra se actualiza cada vez que se aprueba un documento nuevo o cambiado.

El Procedimiento de Control de Documentos que Maneja la ESPOL

Este procedimiento asegura que:

- a. Las ediciones autorizadas (revisadas y aprobadas) están

disponibles, de forma física y/o electrónica, en las áreas, para las personas involucradas en el Sistema de Calidad, siempre que sean necesarias para el efectivo desarrollo y ejecución de sus operaciones.

- b. **Los documentos en general** que forman parte del Sistema de Gestión de Calidad sean revisados al menos una vez al año, con el fin de asegurar su vigencia, actualización, y/o cumplimiento con los requisitos o regulaciones.
- c. **Los documentos inválidos u obsoletos** sean oportuna y apropiadamente removidos de las áreas y de las personas a las que fueron entregadas, de forma que se asegure el término de su uso.
- d. **Los documentos obsoletos** que deban ser retenidos por causas legales o por preservación del conocimiento, sean apropiadamente marcados como "documento obsoleto" y se explique en la lista maestra, en el casillero de Observaciones, por qué se lo mantiene.

Los documentos, además de su codificación única, incluyen el nivel de revisión, la fecha de elaboración, de revisión y de aprobación y el nombre de la persona encargada de elaborar,

revisar, y aprobar el número de páginas y número total de páginas. [6]

Cambio de los documentos:

Los cambios en los documentos son revisados y aprobados por los mismos responsables de la revisión y aprobación en la edición original, a menos que el Coordinador de IAL junto con el Director de Calidad, asignen a otra persona para que realice esta tarea. La persona que revisa los cambios, tendrá acceso a las ediciones anteriores, con el fin de evaluar los cambios realizados.

Los cambios realizados en los documentos son marcados con negritas y/o marcas (resaltador) al segmento donde se realizó el cambio. No se permiten cambios o enmendaduras de forma manual sobre el documento. En el caso de documentos electrónicos (software de equipos) se actualizan cada vez que el proveedor tenga una nueva versión disponible. [1]

2.4. Compras

La selección, compra y evaluación de todos los insumos, equipos, reactivos, instrumentos, servicios y materiales que influyen en la calidad de sus ensayos, debe ser realizada por el

laboratorio y de acuerdo a lo establecido en el procedimiento de Requisiciones del Sistema de Gestión de la ESPOL el cual incluye:

- a. Requisitos de los proveedores para ser calificados como Proveedor de Servicios, Materiales, Consumibles, Reactivos, Equipos, Materiales de Referencia. De cumplir con los requisitos, se lo incluye en la lista de Proveedores aprobados.
- b. Evaluación anual de los proveedores en cada una de sus características: calidad de producto/servicio, tiempo de entrega, atención al cliente, etc. De cumplir con la calificación mínima para aprobación, se mantiene en la lista de proveedores aprobados. El modo de calificación será establecido según las exigencias de la ESPOL.
- c. Las solicitudes de compras de los productos, reactivos, consumibles, materiales, pruebas o servicios (calibración, verificación o mantenimiento), las cuales son solicitadas por cada Unidad Académica.
- d. Recibido el producto, reactivo, consumible, material, prueba o Servicio, es revisado (Calibración, verificación o mantenimiento) para ver si cumple con los requisitos del

solicitante (especificaciones técnicas y/o del método, programas, etc.) y es aprobado únicamente por quién lo solicitó.

- e. Los productos, reactivos, consumibles, materiales, o pruebas son almacenados por separado y en lugares donde no vayan a sufrir daño, pérdida o contaminación hasta su uso.

Todos los registros generados en el proceso de compra, solicitudes, cotizaciones, orden de compra, evaluación y aceptación de la compra, desviaciones o no conformidad, selección y evaluación de proveedores se conservan por un periodo de 5 años. [6]

2.5. Control de Trabajo no Conforme.

Como parte del aseguramiento de resultados se debe implementar procesos para detección, evaluación y resolución de trabajos No Conformes. Dichos trabajos No Conformes incluyen a cualquier proceso que se desvíe o incumpla los requerimientos del método, equipos, y en general del Control del Sistema de Gestión de Calidad implantado por el Laboratorio IAL. El Director de Calidad monitorea el manejo del Trabajo No Conforme de forma inmediata y que las actividades no se

reanuden hasta que el problema sea investigado y resuelto. Una vez resuelto el problema se dará la orden de reanudar las actividades que correspondan. [6]

El procedimiento de Trabajo no conforme de la ESPOL, PG-0601,

incluye:

- a. Los responsables y autoridades en cada etapa de investigación y resolución del trabajo No Conforme.
- b. Evaluación por parte del personal del área y/o involucrados de la importancia del trabajo No Conforme detectado.
- c. Las acciones correctivas tomadas de forma inmediata, junto con toda la investigación y resolución, incluyendo la aceptabilidad del trabajo No Conforme. El levantamiento de acciones correctivas AC, se hace en el caso de que exista posibilidad de recurrencia o que exista duda en la clarificación de un proceso o se detecte procesos elaborados de forma errónea o incompleta.
- d. Notificación a la persona que origino la queja y evaluación de su respuesta.

2.6. Mejora

El mejoramiento continuo, como parte de la política de trabajo del Laboratorio IAL, tiene como meta la optimización de sus procesos y Sistema de Calidad en general. Para efectuar estas mejoras se sirve de los Objetivos planteados y monitoreados constantemente, Política de Calidad interna del Laboratorio, Resultados de auditorías internas y/o externas, análisis de datos (encuestas de opinión de los estudiantes, evaluación del personal, quejas, trabajos No Conformes, etc.), acciones correctivas, preventivas y de las reuniones gerenciales de Revisión.

2.7. Acciones Correctivas

Las acciones correctivas son el resultado de trabajo no conforme, desvíos de las políticas y procedimientos del sistema de gestión o de operaciones técnicas las cuales son investigadas desde su causa raíz por todo el personal involucrado en el trabajo hasta su resolución o cierre. En cada una de estas etapas se asigna responsables, siendo monitoreadas de forma permanente por el Coordinador de Calidad de la ESPOL, quién tiene la autoridad para abrir y/o cerrar las acciones correctivas.

El Procedimiento de acciones correctivas, se detalla en el PG-0601 e incluye todo el proceso de investigación de las causas, selección, implementación, y monitoreo de acciones propuestas.

2.8. Acciones Preventivas

Las oportunidades de mejora están siempre presentes o son identificables durante el desarrollo normal de las actividades del laboratorio. Algunas de éstas pueden evitar potenciales No Conformidades. Estas oportunidades pueden detectarse o derivarse de acciones del Sistema de Calidad, del área Técnica o Administrativa. El Procedimiento de Acción Preventiva de la ESPOL, PG-0701 detalla el desarrollo, implementación y monitoreo de tales acciones.

Una vez que la acción u oportunidad de mejora ha sido detectada, se llena un formato de Acción Preventiva, donde se identifica o detalla la oportunidad de mejora, se investiga o se detalla porque se podría convertir en una No Conformidad, se plantean las propuestas de acción o a ejecutar y posteriormente se monitorea si la acción planteada ha sido efectiva. En todo este proceso participan los involucrados directa e indirectamente en el proceso. [1]

El Director de Calidad supervisa la ejecución de todo el proceso y cierra la misma si demuestra efectividad o mejora en el proceso para la que fue implementada.

2.9. Control de Registros

El Laboratorio controla todos los registros (Físico o electrónicos) que se generan dentro del laboratorio, producto de su gestión de calidad de ensayos, En el procedimiento IAL-PG-006 se detalla la forma de identificación, archivo, indexación, acceso, llenado, almacenamiento, mantenimiento y disposición de los registros técnicos y de Calidad. El procedimiento se encuentra en el APÉNDICE C.

- Los registros del Sistema de Gestión de Calidad del Laboratorio incluyen copias de Acciones correctivas, preventivas, quejas, programa y lista de verificación, reporte de auditorías internas, Reportes de Auditorías Externas, siempre y cuando estos documentos tengan que ver directamente con el laboratorio. [6]
- Los registros técnicos incluyen Hojas de cálculo, trazabilidad de reactivos y soluciones, Reporte de resultados, Cartas de incertidumbre, Cartas de Control de equipos y métodos, etc. [6]

2.10. Auditorías Internas

El Laboratorio IAL realiza auditorías internas anuales, programadas, con el fin de evaluar todas sus actividades relacionadas con el Sistema de Calidad, con los métodos acreditados o en proceso de acreditación y en general con los requerimientos de la norma ISO 17025.

Las Auditorías internas son programadas y comunicadas al personal involucrado mínimo un mes antes de ser ejecutadas. Los auditores evaluarán áreas independientes a sus áreas y/o actividades.

Durante las auditorías internas anuales se evaluarán todos los requisitos de la Norma ISO 17025, del Sistema de Calidad implantado, los Requisitos del Organismo de Acreditación y los métodos acreditados. Podrán realizarse auditorías no programadas, acción correctiva o trabajo No Conforme pongan en duda la efectividad de los procesos, resultados o del Sistema de Calidad. [1,6]

2.11. Revisión de la Dirección

Con el fin de evaluar todo el Sistema de Calidad se realizarán reuniones semestralmente, el objetivo de estas reuniones es

asegurar la continuidad y efectividad del Sistema e incluir los cambios o mejoras necesarias. [6]

El procedimiento de Revisión por la Dirección, IAL-PG-009, incluye todo las etapas de la revisión. En la reunión participan el Coordinador IAL, el Director de Calidad y los representantes técnicos de los diferentes laboratorios a cargo de la carrera. En la misma se monitorean y evalúan:

- La idoneidad de las Políticas y Procedimientos.
- Reportes de desempeño del Coordinador IAL, el Director de Calidad y de los representantes técnicos de cada área.
- Los resultados de las Auditorías Internas.
- Estado de las acciones correctivas y preventivas.
- Resultados y acciones de las Pruebas de Competencia o ensayos interlaboratorios.
- Recomendaciones y mejora

El procedimiento se encuentra en el APÉNDICE D.

CAPÍTULO 3

3. REQUISITOS TÉCNICOS

La cantidad de factores que pueden afectar la exactitud y confiabilidad de los ensayos es bastante amplia y el margen de error generado puede ser significativo. Entre los factores que se controlan y que afectan la calidad de los resultados se tiene al personal, instalaciones, condiciones ambientales, métodos de ensayo, validación de métodos, equipos, trazabilidad de la medición, muestreo y manejo de muestras. [3]

3.1. Personal.

El personal del Laboratorio desde su contratación tiene un proceso de entrenamiento, evaluación y calificación permanente.

Los equipos son operados por el personal únicamente después

que el personal ha recibido entrenamiento. El personal es libre de solicitar capacitación en el formato POFM-P0601 del Sistema de ISO 9001:2008 que maneja la ESPOL. Esta capacitación es proporcionada por el proveedor de la marca o por el personal de mayor experiencia. Durante las diferentes fases de entrenamiento, calificación y en el trabajo rutinario, el personal es supervisado por el Responsable Técnico del área o por el Director de Calidad en el caso del personal administrativo.

Todo el personal es evaluado anualmente, con el fin de detectar los requerimientos de capacitación o detectar posibles problemas de actitud, operación de equipos, manipulación de muestras, etc. De detectarse deficiencias, el personal es puesto en un plan de entrenamiento para la deficiencia específica detectada. Los objetivos de capacitación y desarrollo del personal, son fijados basados en la educación, entrenamiento y habilidades propias.

Una vez que el personal ha recibido el entrenamiento en el manejo de equipos y ha demostrado a través de las actividades de validación y cartas de control que es capaz de ejecutar un método u operar un equipo dentro de las especificaciones de los

mismos, el Responsable Técnico del área o el Director de Calidad emiten una autorización para la ejecución de análisis. La Coordinación IAL emite autorizaciones para las personas que firman y aprueban los reportes. Las descripciones de trabajo, funciones, responsabilidades, y autoridad están incluidas en el IAL-MN-002. El procedimiento se encuentra en el APÉNDICE A.

3.2. Métodos de Ensayo.

Los métodos usados para todos los ensayos que se ejecutan en el laboratorio son desarrollados por laboratorio IAL o provienen de métodos oficiales. En cada uno de los parámetros y por matriz se estipula un procedimiento interno que incluye, dependiendo el caso, muestreo, preparación de muestra, manejo, transporte, lecturas, interpretación de resultados, almacenamiento, etc. Cuando se trata de métodos cuantitativos, se calcula el valor de la incertidumbre del método. [3]

Selección de métodos

Cuando se requiere implementar/ejecutar un nuevo método de análisis o muestreo, se busca los métodos oficiales, siendo éstos de Organismos Regulatorios como el INEN, EPA, Standard methods, AOAC, papers, etc. Es indispensable que el

método cumpla con los requerimientos de los Organismos reguladores Nacionales y/o Internacionales.

El representante técnico del área en conjunto con los analistas elabora el Procedimiento Técnico, en el mismo se describe el alcance del método, responsables, equipos, reactivos, descripción de las diversas fases del análisis, cálculos e interpretación de resultados.

Métodos no estandarizados

Existen métodos no estandarizados, provenientes de revistas, publicaciones, que a pesar de ser publicaciones oficiales no llegan a la categoría de método oficial o regulatorio. Cuando son usados estos métodos o cuando métodos oficiales sufren alteraciones en la matriz o en los reactivos, se realiza una validación, con el fin de comprobar la exactitud (Repetitividad, Reproducibilidad) del método. De igual forma se establecen los diferentes criterios de validación (Límite de detección, Límite de cuantificación, Coeficiente de variación). [c]

Los formatos de Procedimiento Técnico para la determinación de humedad, IAL-RG-003 (Apéndice E) y IAL-RG-004

(APÉNDICE F), incluye los diferentes requisitos del método, esto es identificación, alcance, matriz, parámetros y rango del método, equipos, incluyendo códigos de los mismos, descripción del procedimiento, criterios de aceptación o rechazo de resultados, Registros, incertidumbre estimada.

Validación de métodos

El Laboratorio IAL valida todos los métodos no estandarizados, o estandarizados modificados, con el fin de confirmar que los mismos cumplen y alcanzan los requisitos de los Organismos Regulatorios. La Validación tendrá la extensión de tiempo necesaria y cumplirá con los requisitos de forma que se demuestre su efectividad. [g]

Previa a la validación se establecen los objetivos de la misma, al final se redacta un informe con los resultados de la validación y se conservan los registros de todo el proceso, así como los procedimientos usados en el mismo. El proceso para ejecutar la validación de métodos Fisicoquímicos se describe en el IAL-PG-007. El procedimiento se encuentra en el APÉNDICE G.

Estimación de la Incertidumbre

El procedimiento para estimación de la incertidumbre se detalla en el IAL-PG-008, describe la metodología para identificar los factores que afectan a la incertidumbre, luego los factores significativos son cuantificados. La valoración de cada uno de los factores se obtiene de reportes de calibración de equipos, validación del método, incertidumbre en materiales de referencia e incertidumbre del material volumétrico. El procedimiento de incertidumbre sigue la metodología establecida por la EURACHEM. [4]

El valor de incertidumbre se mantiene en el laboratorio para cuando los organismos de acreditación u Organismos regulatorios Nacionales o Internacionales lo requieran, La incertidumbre se reportará en las mismas unidades que el resultado, de forma clara, sin que se pueda interpretar de forma errónea. El procedimiento se encuentra en el APÉNDICE H.

Control de Datos

Los datos generados por los equipos o para hacer cálculos, procesar, registrar, reportar y almacenar, deben ser protegidos contra daño mediante el uso de Unidades de protección eléctrica, en áreas con ambiente controlado, además son

respaldados y reciben mantenimiento periódicamente. En el caso de equipos en los cuales el software genere directamente el resultado, será validado para evaluar si se obtienen iguales resultados de forma manual, y se hará un procedimiento escrito explicando de forma resumida y práctica el manejo de dicho software. La norma ISO 17025 designa esa tarea a quienes son los responsables directos de cada uno de los procesos.

3.3. Equipos.

Previo a la adquisición de los equipos o antes de correr el análisis el personal del área se asegura que los equipos alcancen la precisión y niveles requeridos por el método. Anualmente, los Responsables Técnicos de cada área en conjunto con el Director de Calidad, establecen el Programa de calibración, verificación y mantenimiento. La programación de cada equipo dependerá del tipo de uso, y de los requisitos de los organismos de acreditación y/o regulatorios. [1]

Cuando los equipos una vez adquiridos, y antes de ser puestos en servicio son verificados, calibrados, para asegurar que cumplen con las especificaciones del fabricante y con los

requisitos del métodos o para el uso. Los equipos son operados únicamente por personal capacitado, calificado y autorizado.

Cada equipo es codificado de forma única, este número es asignado de forma consecutiva de acuerdo a la lista de equipo, IAL-RG-010, con los códigos IAL-EQ-XXX. En esta lista se especifica, la marca, modelo, serie, área donde está ubicado y cualquier otro dato relevante. El procedimiento se encuentra en el APÉNDICE I.

Cada equipo mantiene una carpeta que incluye una carátula con: Nombre, identificación, nombre del fabricante, marca, serie o cualquier otro tipo de identificación; los chequeos y periodicidad de los chequeos, área donde permanece. Además en la carpeta del equipo se mantienen los Manuales del fabricante, fechas de calibración, certificados de calibración, ajustes, criterios de aceptación y fecha estipulada para la siguiente calibración. Copia del Plan de Mantenimiento, Calibración y Verificación e Historial de los daños, mal funcionamiento o reparaciones que haya sufrido el equipo. [6]

El procedimiento de Equipos, IAL-PG-001, establece la forma como se maneja, transporta, almacena, usa, se hace el

mantenimiento en general a los equipos y se evita su deterioro o contaminación. En la instrucción de cada equipo, se describirá cada uno de los criterios antes mencionados de forma específica.

Cuando el personal del área detecta que un equipo ha sido sometido a una sobrecarga o mal manejo, denota resultados sospechosos, muestra defectos o está fuera de especificaciones lo retira del uso y lo marca como "EQUIPO FUERA DE USO", se comunica al servicio técnico para que lo revise, repare y calibre. Y no podrá ser usado hasta que no sea reparado y calibrado. El procedimiento se encuentra en el APÉNDICE J.

Una vez detectado el daño, se evalúa la afectación en los ensayos en curso o en ensayos anteriores y se levanta un trabajo no conforme, registrando el problema en el formato de acción correctiva PG-0601 de la ESPOL.

Los equipos, posterior a cada calibración, verificación y mantenimiento son etiquetados con los datos del equipo, compañía que ejecutó el trabajo, fecha en que fue realizada, persona responsable por la calibración y de ser posible fecha de la próxima calibración. Dentro de las instrucciones de manejo

del equipo se señalarán los chequeos intermedios que deberán ser realizados. De ser necesario el uso de factores como resultado de la calibración, serán colocados en una forma visible en el equipo para que sean considerados durante las mediciones. En el APÉNDICE K se encuentran las verificaciones de la Balanza Analítica y la Termo-Balanza.

3.4. Trazabilidad de la Medición.

El Laboratorio IAL ejecuta sus calibraciones y las verificaciones de sus patrones y/o equipos con laboratorios acreditados, y de no existir, realiza calibraciones internas con patrones calibrados por laboratorios acreditados, o por Institutos de metrología reconocidos dentro del Comité internacional de Pesos y medidas.

Cada certificado de calibración deberá incluir las mediciones realizadas, nivel de error, factor de corrección (si existe), valor de incertidumbre. Esta última se podrá omitir únicamente, si posterior al análisis del aporte de los diversos factores se concluye que éste no afecta de forma significativa a la incertidumbre total del resultado. Los laboratorios para calibraciones usadas son aquellos acreditados por un organismo

reconocido dentro de los acuerdos de reconocimiento mutuo del ILAC, IAAC, o APLAC. [6]

Patrones de Referencia

El Laboratorio IAL posee tiene un programa para la calibración de sus patrones de referencia (Pesas, Termómetros), los mismos que son calibrados por Laboratorios acreditados por el OAE o por otro Organismo dentro de ILAC, que proporciona trazabilidad en sus mediciones, estos patrones son usados únicamente para calibración. [1]

Materiales de Referencia

Los materiales de referencia deben en lo posible, estar trazados a las unidades de medición del Sistema Internacional, o materiales de referencia certificados.

Transporte y Almacenamiento

El procedimiento materiales y patrones de referencia, IAL-PG-005, indica la forma de manejo seguro, transporte, almacenamiento y uso de los mismos, a fin prevenir la contaminación o deterioro y además cuidando proteger siempre

la integridad de los mismos. El procedimiento se encuentra en el APÉNDICE L.

3.5. Muestreo

Los muestreos se realizan de acuerdo a métodos, regulaciones, especificaciones, según el caso se requiera. Ej: INEN, Standard Methods, EPA. El muestreo es realizado por personal calificado, con equipos calibrados y verificados de forma que se aseguren la validez de las mediciones. [1]

Para cada muestreo se usará un formato de muestreo, en donde se registrarán todos los datos tomados durante el muestreo, esto es, nombre de la persona que ejecuta el muestreo, condiciones ambientales (si son relevantes), y diagrama o cualquier otro equivalente para identificar el sitio de muestreo. Dichos datos serán incluidos en el reporte final, en donde se incluirá el procedimiento (Externo o Interno) usado.

3.6. Manipulación de Muestra.

El procedimiento para Manipulación de muestras, IAL-PG-004, incluye la descripción para el transporte, recepción, manejo, protección, almacenamiento, retención y/o disposición de las muestras, incluyendo todas las previsiones necesarias para

proteger la integridad de las muestras, los intereses del laboratorio y de los clientes. El procedimiento se encuentra en el APÉNDICE M.

Posterior a la evaluación de las condiciones de arribo al laboratorio, las muestras son identificadas de forma única, con un código interno, independiente de la información proporcionada. Esta identificación es colocada en la muestra, submuestras (muestra preparada) y orden de trabajo. La identificación permanece en la muestra y sirve como identificación de la misma en las diversas fases del análisis, hasta el reporte y disposición final de la muestra.

El almacenamiento, manejo y preparación de la muestra se lleva a cabo tomando en consideración la naturaleza de la muestra, pudiendo ser ambiente, refrigeración u oscuridad, de forma que no se deterioren, pierdan o dañen. Se registra el estado de las muestras durante el tiempo de permanencia en el laboratorio y hasta que sea eliminada. De necesitarse condiciones ambientales especiales especificadas, éstas son mantenidas, seguidas y registradas. En caso de que una muestra o parte de la misma, necesite protección (custodia), el laboratorio tomará todas las medidas necesarias para el almacenamiento y la

seguridad que protejan la condición e integridad de muestra o parte de la misma.

3.7. Aseguramiento de Resultados.

Todos los ensayos realizados en laboratorio IAL siguen un procedimiento con el fin de asegurar la calidad de los resultados. Los controles usados en el aseguramiento de resultados son registrados con el fin de evaluar las tendencias y detectar posibles desviaciones, De esta forma se toman las medicinas oportunas preventivas. [6]

El Procedimiento aseguramiento de resultados, IAL-PG-010, incluye los diversos controles como son:

- Uso de materiales de referencia certificados, muestras control (muestras fortificadas con valores conocidos).
- Participación en ensayos interlaboratorios con laboratorios acreditados o en pruebas de competencia con organismos acreditados.
- Ensayos de Repetitividad y Reproducibilidad.
- Ensayos de Repetitividad con diversos o el mismo método.
- Curvas de calibración con patrones certificados o que se

conozca el valor de pureza.

Los datos obtenidos de las diversas pruebas deben ser analizados con el fin de encontrar desviaciones a los criterios pre-establecidos (cartas con límites de control o coeficiente de variación de curvas, porcentajes de recuperación, etc.) y tomar las acciones correctivas/preventivas antes de que el resultado sea reportado. El procedimiento se encuentra en el APÉNDICE N.

3.8. Reportes de Resultados.

Los reportes de resultados son elaborados de forma clara, no ambigua, objetiva (neutral), de acuerdo al (los) parámetro(s) analizado (s) y de acuerdo a las especificaciones del método. El registro de Informe de ensayo es el IAL-RG-02 (APÉNDICE O).

Los resultados son reportados en un "Informe de ensayo" e incluyen toda la información de la muestra al momento de su ingreso y todos los resultados obtenidos por el laboratorio. El informe de ensayo puede incluir de manera opcional los límites permisibles o recomendados de las normativas nacionales o

internacionales, de forma que se pueda interpretar el resultado fácilmente. [6]

Los Informes de ensayo incluyen:

- El título "Informe de ensayo N° XXXXX"
- El nombre del Laboratorio, con su dirección exacta
- Identificación de la muestra, número de página y total de páginas del informe, de forma que se visualice fácilmente donde finaliza el informe.
- Identificación del método(s) usado(s).
- Descripción - Identificación de la(s) muestra(s) recibida y las condiciones (Temperatura, empaque, etc.) de recepción.
- Datos de recepción de la muestra cuando éstos sean críticos para validar y aplicar los resultados.
- Fecha de ejecución o inicio del análisis.
- Referencias al procedimiento de muestreo usado.
- Resultados de los análisis, incluyendo las unidades de medida.
- Nombre, Cargo y Firma del Director de Calidad autorizando la emisión del Informe de ensayo.
- Declaratoria: "Los resultados detallados en este informe, corresponden exclusivamente a la muestra recibida y analizada por Laboratorio IAL".

Información del muestreo

En el caso de que se realice el muestreo, y de ser necesario para la interpretación de los resultados se incluirá:

- Fecha de muestreo.
- Identificación de la muestra.
- Lugar del muestreo, coordenadas o fotografía.
- Referencia del método usado para el muestreo.
- Detalle sobre alguna condición ambiental ocurrida durante el muestreo, que pueda afectar la interpretación de los resultados.
- Cualquier otra norma o especificación para el método o procedimiento de muestreo.

Transmisión electrónica de los resultados

Cuando sea requerido por el cliente, los Informes de ensayo podrán ser enviados por fax o por correo electrónico en formato PDF.

Formato para los informes de ensayo

Los formatos para los reportes de resultados, son establecidos dependiendo la naturaleza de los mismos. Los reportes son

acoplados de acuerdo a las necesidades, tipo de muestra y de acuerdo al requerimiento del Organismo Regulatorio. El uso del formato de reporte tiene como objetivo minimizar la posibilidad de omisión de datos, mal uso o malos entendidos.

Enmendaduras en los Informes de ensayo.

En el caso de que un informe ya emitido deba ser modificado, se emitirá un nuevo reporte, el cual incluirá una modificación en la codificación original, la cual consiste en añadir la letra "A" inmediatamente después del número de informe de ensayo. Además en la parte final del reporte se incluirá la leyenda "Informe de ensayo modificado, se reemplaza al original XXXX por XXXXA".

CAPÍTULO 4

4. IMPLEMENTACIÓN DE MÉTODOS

Todos los alimentos, cualquiera que sea el método de industrialización a que hayan sido sometidos, contienen agua en mayor o menor proporción. Las cifras de contenido en agua varían entre un 60 y un 95% en los alimentos naturales. En los tejidos vegetales y animales, puede decirse que existe en dos formas generales: “agua libre” y “agua ligada”. El agua libre es la forma predominante, se libera con gran facilidad. El agua ligada se halla combinada o absorbida. Se encuentra en los alimentos como agua de cristalización o ligada a las proteínas y a las moléculas de sacáridos y absorbida sobre la superficie de las partículas coloidales.

El parámetro Humedad está estrechamente ligado a la actividad de agua la cual permite determinar el tiempo de vida útil de un alimento. Por este motivo se crearon métodos para la determinación del contenido de agua en una muestra de origen orgánico. Con el pasar del tiempo se hizo necesario estandarizar aquellos métodos de forma que un resultado de una misma muestra pueda ser reproducible en distintos laboratorios del mundo. [3]

4.1. Procedimiento Técnico

Existen numerosos métodos oficiales de distinta procedencia para la determinación de la humedad en alimentos, se optó por usar como referencia los métodos AOAC (Association of Official Analytical Chemists) debido a que es una entidad ampliamente reconocida y sus métodos son ampliamente probados y analizados estadísticamente antes de ser publicados. Estos métodos oficiales sirven como referencia y sustento científico para la creación del Procedimiento Técnico el cual se elabora después de ajustar el método para su respectiva validación.

Los métodos de secado son los más comunes para valorar el contenido de humedad en los alimentos calculan el porcentaje agua por la pérdida en peso debida a su eliminación por calentamiento bajo condiciones normalizadas. Aunque estos

métodos dan buenos resultados que pueden interpretarse sobre bases de comparación, es preciso tener presente que a cierta temperatura el alimento es susceptible de descomponerse, con lo que se volatilizan otras sustancias además de agua, y también pueden perderse otras materias volátiles aparte de agua. [2]

4.1.1. Método Convencional

La determinación de secado en estufa se basa en una determinación gravimétrica de la pérdida de peso de la muestra por evaporación del agua. Para esto se requiere que a muestra sea térmicamente estable y que no contenga una cantidad significativa de compuestos volátiles. El principio operacional del método de determinación de humedad utilizando estufa y balanza analítica, incluye la preparación de la muestra, pesado, secado, enfriado y pesado nuevamente de la muestra. Ver APÉNDICE E.

Alcance del Método

El método es aplicable para alimentos cárnicos, sean sólidos, o pastosos no susceptibles a degradación al ser sometidos a temperaturas superiores a $125^{\circ} \pm 5^{\circ}$

centígrados. Este método es inadecuado para productos ricos en sustancias volátiles distintas del agua. [2]

Procedimiento

- Preparar las capsulas previo al análisis calentándolas dentro de la estufa a un temperatura de 130 grados centígrados y luego enfriándola a temperatura ambiente.
- Todo análisis debe efectuarse al menos en duplicado y la muestra se homogeniza según corresponda.
- Tassar y registrar el peso de una capsula limpia, seca y debidamente rotulada.
- Colocar en la cápsula una cantidad de muestra no superior a 2.0000 +/- 0.1 g y registrar el peso.
- Colocar la cápsula en la estufa a una temperatura de 125° centígrados durante un tiempo no menor a 4 horas.
- Como parte del aseguramiento de resultados se colocará un material de referencia, el cual se correrá en paralelo con las muestras.
- Retirar la cápsula de la estufa, enfriar en un desecador

y pesar rápidamente tan pronto haya alcanzado la temperatura ambiente. Registrar masa de la muestra y proceder con los cálculos en el formato IAL-RG-003 (Ver APÉNDICE P).

Expresión de Resultados.

La fórmula para el cálculo de la humedad es:

$$\% \textit{Humedad} = \frac{Ma - Mb \times 100}{M}$$

Dónde:

Ma: Masa de la cápsula más muestra en gramos.

Mb: Masa de la cápsula más la muestra seca en gramos.

M: Masa de la muestra sin secar en gramos.

4.1.2. Método Rápido

Este método se basa en evaporar de manera continua la humedad de la muestra y el registro continuo de la pérdida de peso, hasta que la muestra se sitúe a peso constante. El error de pesada en este método se minimiza cuando la muestra no se expone constantemente al ambiente. (Ver APÉNDICE F)

Alcance del Método

Este método está diseñado para determinar humedad en carne y productos cárnicos en el rango de 60-75% de agua.

Procedimiento

- Preparar la muestra adecuadamente según su tipo, las muestras pastosas y homogéneas no requieren mayor preparación, sin embargo las muestras sólidas deberán ser cortadas en trozos pequeños no mayores a 5-10 mm², 2-3 mm de espesor y deberán ser tomadas de diferentes partes de la muestra sólida, evitando tomar de la superficie ya que esta podría no ser representativa al estar expuesta al aire y por ende perdiendo moléculas de agua constantemente.
- Encender el analizador de humedad KERN MLB50-3, Presionar la tecla “Tare/Stop” para que la termo-balanza entre en modo de calentamiento durante 10 min.
- Después del precalentamiento, el equipo entrará en “Modo Pesaje”, durante este modo se debe colocar la pesa muestra de aluminio en el compartimento de la

balanza y luego presionar la tecla “Tare/Stop” para tarar el contenedor.

- Pesar 2.000 +/- 0.1 g de la muestra en el contenedor de aluminio. Procurar que la muestra se encuentre dispersa uniformemente por la superficie del plato.
- Presionar la tecla “F” y verificar que el equipo se encuentra en “Modo 1”, este modo expresará el resultado en forma porcentaje de agua aplicando la siguiente fórmula:

$$\% \textit{Humedad} = \frac{M_c \times 100}{M}$$

Dónde:

Mc: Peso perdido en gramos.

M: Masa de la muestra antes del secado en gramos.

- Presionar nuevamente la tecla “F” e ingresar a temperatura, la cual para cárnicos es 150° centígrados.
- Presionar nuevamente la tecla “F” en ingresar “40” en el intervalo o ciclo de incandescencia de la lámpara.
- Al cabo de 15 a 22 min la muestra habrá sido secada y la

termo-balanza emitirá un pitido indicando que el análisis ha terminado.

- Como parte del aseguramiento de resultados se colocará un material de referencia, el cual se correrá antes del análisis de las muestras.
- Anotar los resultados de la muestra en el registro IAL-RG-004 (APÉNDICE Q) y los del material de referencia en la carta control del mismo.

4.2. Instructivo

Entre los factores que determinan la exactitud y confiabilidad de los ensayos analíticos se encuentran el uso adecuado de los equipos y el control que se realiza sobre ellos. Por lo tanto se hace necesario la elaboración de instructivos de operación que establecen las pautas específicas de uso, mantenimiento y verificación para cada equipo en particular. [6]

Los encargados de elaborar los instructivos son los jefes de área del laboratorio, quienes tienen la responsabilidad de velar por el cumplimiento y la correcta aplicación de las pautas establecidas en el instructivo, donde se detalla las condiciones

en las que se utilizan los equipos, procedimientos de calibración y mantenimiento interno.

Todo instructivo estará estructurado con la siguiente información: Datos del equipo, Ajustes y verificaciones antes del uso, Manejo del equipo, Observaciones, daño o mal funcionamiento y mantenimiento, verificación o calibración. Los instructivos incluidos en este proyecto se encuentran en la sección de APÉNDICES y se especifican en la tabla 2. (Ver APÉNDICES R, S, T y U).

TABLA 2
Instructivos ISO 17025

Instructivo	Código
Balanza Analítica	IAL-IT-01
Estufa	IAL-IT-02
Termo-balanza	IAL-IT-03
Reglas Carta control	IAL-IT-04

Elaborado por Leonardo Cárdenas, 2013

4.3. Registros

Los registros técnicos comprenden la acumulación de datos e información que resulta de ensayos o calibraciones y demuestran que se están cumpliendo los parámetros de calidad o del proceso. Entre los registros más importantes se encuentran los libros de registros de trabajo, cálculos, condiciones ambientales, certificadas de calibración, preparación de reactivos y reporte. [6]

El laboratorio debe conservar registros originales, datos derivados y suficiente información para establecer un seguimiento durante una auditoria. Los registros de cada ensayo deben tener información suficiente para identificar factores que afecten a la incertidumbre o a la reproducibilidad y repetibilidad. En todo documento debe constar la identificación del personal encargado del muestreo, recepción, preparación, análisis y reporte de la muestra. Los registros elaborados en este proyecto se encuentran en la sección de APÉNDICE y se detallan en la tabla 3.

TABLA 3
REGISTROS ISO 17025

REGISTRO	CÓDIGO
Lista de Documentos del laboratorio	IAL-RG-001
Informe de ensayo	IAL-RG-002
Registro de Humedad: Método Convencional	IAL-RG-003
Registro de Humedad: Método Rápido	IAL-RG-004
Carta control	IAL-RG-005
Formato electrónico de validación de métodos	IAL-RG-006
Cálculo de Incertidumbre	IAL-RG-007
Informe de Validación	IAL-RG-008
Registro de Equipos	IAL-RG-009
Objetivos de Validación	IAL-RG-010
Comparación de Varianzas	IAL-RG-011
Verificación de Balanzas	IAL-RG-012

Elaborado por Leonardo Cárdenas, 2013

4.4. Proceso de Validación (Anova)

La validación de un método de análisis es el proceso destinado a comprobar que el método en cuestión es aceptable para el propósito para el cual se ha desarrollado. El objetivo de la validación de un método analítico es demostrar que el

procedimiento proporcione los resultados esperados. La responsabilidad de validar el método en la práctica recae en el Jefe técnico de cada área y la supervisión y planificación de la validación es encargada al Director de Calidad. [3]

Aunque hay una gran diversidad de criterios sobre cómo se deben realizar los estudios de validación, el esquema general aplicado se basa en definir y aplicar una serie de pruebas para comprobar si los resultados obtenidos cumplen los criterios de aceptación establecidos. Para los métodos propuestos en este proyecto la validación de los métodos analíticos se limitaría solo a la determinación de los siguientes parámetros:

- Puesta a Punto
- Diseño experimental
- Precisión (repetibilidad y reproducibilidad)
- Exactitud
- Comparación de Varianzas y medias (solo para un mismo parámetro analizado por dos o más métodos diferentes).

Puesta a Punto

Previo a la realización de la validación se deben correr pruebas con muestras ciegas o certificadas hasta lograr estandarizar las

condiciones idóneas para el desarrollo del método. Dichas condiciones no deben cambiar durante toda la validación o la desviación estándar de método podría generar una incertidumbre exorbitante e inadmisibles para cualquier organismo acreditador. Se seleccionó dos materiales de referencia certificados provenientes de la agencia FAPAS, un organismo acreditado en ISO 17025 y que manufactura materiales de competencia y muestras de referencia. Los certificados del material de referencia T0166QC y T0151QC están en el APÉNDICE V.

Diseño Experimental

Debido a que los resultados de los ensayos físico-químicos presentan una distribución estadística normal, el número de réplicas (Grados de libertad) por nivel de estudio debe ser suficiente para adquirir este comportamiento. La tabla de distribución t de Student que está estrechamente ligada a la distribución normal, da una pauta para establecer el número ideal de réplicas un intervalo de confianza del 95%. Dado que, la tendencia de esta distribución t tiende a 1.96, el número de réplicas será el mínimo número de grados de libertad que tenga un valor t de 2.0 ± 0.3 .

En el presente proyecto este número resultó ser 35 réplicas las cuales se distribuyeron uniformemente en 5 días de repeticiones bajo condiciones normales de laboratorio. Estos 5 días asegurarán la suficiente varianza para el estudio de ANOVA. La tabla 4 explica el diseño experimental para los dos niveles de Humedad. El diseño experimental se registró en el formato IAL-RG-008 y se encuentra en el APÉNDICE W.

TABLA 4
DISEÑO EXPERIMENTAL

NIVEL	DÍAS				
	1	2	3	4	5
1	7 Replicas	7 Replicas	7 Replicas	7 Replicas	7 Replicas
2	7 Replicas	7 Replicas	7 Replicas	7 Replicas	7 Replicas

Elaborado por Leonardo Cárdenas, 2013

Precisión

Refleja la medida en que los valores de una serie repetida de ensayos analíticos que se realizan sobre una muestra homogénea son semejantes entre sí. Generalmente, la precisión

incluye la determinación de la repetibilidad (Sr) y la reproducibilidad (SR). Los cálculos de Precisión se encuentran en el APÉNDICE X.

El estudio de Precisión se puede realizar calculando un análisis simple de varianza de dos factores totalmente anidados homogéneos. El análisis de varianza se emplea para la planificación y evaluación de experiencias y permite medir el efecto cuantitativo de las variables de influencia sobre los resultados de los análisis. El mismo comprende del cálculo consecutivo de 4 varianzas:

En el diseño del experimento se estableció:

K = 5 días de trabajo (Grupos muestrales)

P = 7 réplicas por nivel (Tamaño)

N = K * P (Número total de elementos muestrales)

Varianza del grupo (Vw)

Es el promedio de las varianzas de cada día de un mismo nivel.

$$V_w = \frac{\sum_{i=1}^k var_k}{k}$$

Varianza entre grupos (Vb)

Es la varianza de los promedios de resultados de cada día de un mismo nivel y posteriormente multiplicado por el número de réplicas (P).

$$Vb = var (\bar{X}_{k=1}, \bar{X}_{k=2}, \dots, \bar{X}_{k=n}) * p$$

Varianza L (VL)

Es la diferencia de la varianza del grupo (Vw) y la varianza entre grupos (Vb) y consecuentemente dividida para el número de réplicas (P).

$$VL = \frac{Vb - Vw}{p}$$

Varianza total

Se obtiene de la suma de la varianza del grupo (Vw) más la varianza (VL)

$$Vt = Vw + VL$$

Repetitividad (Sr)

Indica la precisión de un método cuando se desarrolla bajo las mismas condiciones, utilizando la misma muestra, analizada por el mismo analista, en el mismo laboratorio, con los mismos

equipos y reactivos, y durante una misma sesión de trabajo en un período corto de tiempo.

El parámetro estadístico que caracteriza a este estudio es el coeficiente de variación (CV) o desviación estándar relativa (RSD). Este parámetro permite evaluar el error aleatorio que se corresponde con la dispersión de los datos alrededor de la media. La determinación de la repetibilidad se realiza, por tanto, mediante ensayos de recuperación, llevados a cabo en un número de, al menos, 7 réplicas en un mismo día de trabajo.

La desviación estándar de repetibilidad se obtiene de la ANOVA con la siguiente fórmula:

$$Sr = \sqrt[2]{Vw}$$

Reproducibilidad (SR)

Indica la precisión de los resultados de ensayos realizados sobre la misma muestra homogénea, ejecutados por diferentes analistas o en diferentes días. Se expresa, al igual que en la repetibilidad, en términos de coeficiente de variación, y el valor esperado puede ser igual o mayor que el obtenido en el estudio de repetibilidad para la misma humedad, debido a la mayor fuente de error que existe en la reproducibilidad. La

determinación de la reproducibilidad se realiza, por tanto, mediante ensayos de recuperación llevados a cabo en 5 días de trabajo. La desviación estándar de reproducibilidad se obtiene de la ANOVA con la siguiente fórmula:

$$SR = \sqrt[2]{Vr + VL}$$

Exactitud

Indica la capacidad del método analítico para obtener resultados lo más próximos posibles al valor de referencia aceptado o esperado, y se define como el grado en el cual determinado valor del analito en una muestra corresponde al valor de referencia. La determinación de la exactitud puede realizarse mediante ensayos de recuperación en muestras de humedad conocida y de una matriz afín a la muestra.

La recuperación de un método puede variar por factores no controlables durante el análisis, por tanto se recomienda la validación de un método, al menos a dos niveles de Humedad. La selección de los niveles a ensayar debe abarcar un amplio rango de humedad para cada una de las diferentes matrices. Los resultados de exactitud para los dos diferentes métodos se encuentran en el APÉNDICE X.

La recuperación de cada punto se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\%Recuperacion = \frac{X \text{ obtenido}}{X \text{ esperado}} \times 100$$

Dónde:

X obtenido: Es el resultado obtenido del material de referencia.

X esperado: Es el valor teórico del material de referencia.

Comparación de Varianzas y Medias

El método de Humedad por termo-balanza es un método que ahorra mucho tiempo, sin embargo sus resultados pueden ser puestos en duda frente al método convencional de la estufa. Para evitar dudas de la veracidad de los resultados obtenidos se realizó una comparación de las medias obtenidas de los distintos métodos. Los resultados de la comparación de Varianzas y Medias se encuentran en el APÉNDICE Y.

Comparación de Varianzas

Se analiza si dos muestras aleatorias independientes proceden de una misma población normalmente distribuida, lo primero que habrá que hacer es comprobar si las dos varianzas son homogéneas mediante una prueba de Fisher. Para lo cual se

calcula un valor F producto del ratio de las varianzas y se lo contrasta con un F de Tabla en función de sus grados de libertad. [7]

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

Dónde:

F: Valor Fisher Calculado

S: Varianzas de Reproducibilidad Método 1 y 2

$$S_1^2 > S_2^2$$

Comparación de dos Medias

Una vez comprobada la homogeneidad de las varianzas muestrales se procede a comparar las medias muestrales utilizando una prueba t de student. El estadístico t se calcula de manera diferente para los distintos casos de homogeneidad de varianzas. [5]

Varianzas iguales e idéntico tamaño muestral.

$$t = \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2 + S_2^2}{n}}}$$

Varianzas iguales y diferente tamaño muestral.

$$t = \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{\frac{n_1 + n_2}{n_1 * n_2} * \frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{n_1 + n_2 + 2}}}$$

Varianzas desiguales independientemente del tamaño muestral.

$$t = \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}}$$

Con aproximadamente $v = \frac{\left(\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}\right)^2}{\frac{\left(\frac{S_1^2}{n_1}\right)^2}{n_1 - 1} + \frac{\left(\frac{S_2^2}{n_2}\right)^2}{n_2 - 1}}$ grados de libertad.

Dónde:

S^2 : Varianza muestral.

n : Tamaño muestral.

v : Grados de libertad.

X : Media de la muestra.

Informe de Validación

Al finalizar la validación, el analista o responsable del área escribe un informe de validación, dicho informe puede incluir pero no se limita a: alcance, descripción del método a validar, incluyendo la matriz, equipos, controles (patrones y/o muestras control, y/o materiales de referencia), condiciones de análisis,

resultados de validación, conclusiones y APÉNDICES (tablas, cuadros, cálculos). [3]

Cada método a validar tendrá su propio informe de validación con la información antes mencionada. En el caso de modificaciones en el informe de validación se guarda una copia de la versión anterior y será marcada como documento obsoleto. Toda la documentación generada a raíz de la validación de un método estará disponible en los archivos del área y se conservará una copia electrónica del informe. El informe de Validación de los métodos de Humedad se encuentra registrado en formato IAL-RG-009 en el APÉNDICE Z.

Carta Control

La carta control es una de las herramientas más importantes de control estadístico, una de sus principales características es la capacidad de detectar variaciones de la calidad del análisis. Las gráficas de control son útiles para vigilar la variación de un proceso en el tiempo, probar la efectividad de las acciones de mejora emprendidas y para estimar la capacidad de un proceso. El formato de Carta control IAL-RG-005 se encuentra en el APÉNDICE AA.

En el control estadístico de la calidad se habla de un mejoramiento continuo, por esto las gráficas de control se deben utilizar en forma permanente para observar el comportamiento del proceso, aun cuando los resultados revelen que se trata de un proceso estable.

Para la determinación de las cartas de control se usa Materiales de Referencia certificado y de Humedad conocida, la cual debe representar al común de muestras a analizar y será denominado QC. La carta control está conformada por una Línea Central de Ensayo (\bar{X}) y Límites de Control.

La Línea Central de Ensayo se obtiene del promedio (\bar{X}) de los resultados de materiales de referencia durante la validación. Para determinar los límites de control de cada nivel de estudio se multiplica la desviación estándar de reproducibilidad (SDR) por un factor $K=2$ para los límites de alarma y $K=3$ para los límites críticos. La tabla 6 detalla las ecuaciones para el cálculo de los límites de control:

Reglas para las Cartas e Control

- **Puntos más allá de los límites de Control:** La presencia de

uno o más puntos más allá de su límite de control es la evidencia primaria de descontrol en ese punto, ya que dichos puntos serían muy raros si sólo la variación de las causas comunes estuviera presente.

- **Tendencia dentro de los límites de Control:** La presencia de patrones o tendencias inusuales puede ser evidencia de descontrol durante el periodo que se presente.
- **Corridas:** Si se encuentra 7 consecutivos por arriba o por debajo de la línea central, o bien 7 puntos consecutivos que se incrementan o decrecen son evidencia de que el proceso está fuera de control y que es necesario encontrar la causa especial de variación.
- **Otros patrones:** Si substancialmente más de 2/3 de los puntos están cerca de la media se puede considerar el proceso fuera de control.

De encontrarse algún dato o grupo de datos fuera de control o de las 3SD se detiene el trabajo inmediatamente para ese método y se toma una acción correctiva en el formato de No Conformidades PG-0601 del Sistema de Gestión de la ESPOL, realizando la investigación de la causa involucrando en el análisis lo detallado en el diagrama de causa y efecto y de todos los datos adicionales que

sean necesarios. Posterior al cierre de la acción correctiva se reanudará el trabajo.

De encontrarse algún dato fuera de las 2SD, se debe registrar una acción preventiva en el formato PG-0601 del Sistema de Calidad de la ESPOL, realizar la investigación de la causa y determinar las posibles acciones a seguir. El trabajo no se detiene, pero de continuar la tendencia se levanta una acción correctiva.

4.5. Estimación de la Incertidumbre

Desde un punto de vista estadístico, la Incertidumbre se define como un parámetro, asociada al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que pueden atribuirse de manera razonable al mesurando. En el caso de ensayos bromatológicos basados en métodos no estandarizados por agencias regulatorias la determinación de la incertidumbre, se realiza identificando los factores influyentes a través de un diagrama Causa-Efecto. [4]

El analista antes de cuantificar la incertidumbre, realiza una estimación preliminar de los factores de la incertidumbre y elimina los factores insignificantes o no mesurables. Los factores de

incertidumbre que siempre son cuantificados, corresponden a la repetibilidad y/o Reproducibilidad del analista, equipos, materiales e instrumentos de medida. La magnitud con la que estos factores afectan los resultados, es considerado en los cálculos de la incertidumbre y ellos son predeterminados para la toma de acciones correctivas cuando ocurran problemas técnicos.

Existen dos tipos de incertidumbre, la de tipo A que es obtenida de las mediciones realizadas por el operador o por el laboratorio, y las de tipo B que provienen de un certificado de calibración. Ambos tipos pueden representar dos tipos de distribución estadística. Dependiendo del origen de la Incertidumbre la distribución puede ser Normal o Rectangular.

Distribución de la Probabilidad

Una distribución de probabilidad describe como se espera que varíen los resultados. La distribución puede ser normal, rectangular o triangular, y son modelos de gran utilidad para hacer inferencias y tomar decisiones en condiciones de incertidumbre. [4]

Cuando la incertidumbre se expresa en un cierto un nivel de confianza para un determinado factor de cobertura, ésta se considera una distribución normal. Cuando la Incertidumbre es de

tipo A, el factor de divisor es 1. Cuando la incertidumbre es de tipo B, y se declara que el factor de cobertura es $k=2$, 95.45%, el factor divisor es 2.

La incertidumbre rectangular provenientes de certificados de patrones, materiales de referencia o material volumétrico que se encuentran dentro de un intervalo de valores máximos y no se tiene una declaratoria del factor de cobertura, el uso dependerá del nivel de exigencia requerido en la dispersión de datos y su factor de división es $\sqrt{3}$. Para situaciones en la que se requiere un nivel más estricto de agrupación de datos, y no se tiene una declaratoria del factor de cobertura, se asume una distribución triangular, cuyo factor divisor es $\sqrt{6}$. [4]

Elaboración de la Carta de Incertidumbre

Calibración de Equipos:

Cuando se tiene certificado de calibración, se registra el valor de incertidumbre \pm declarado, de acuerdo al nivel usado regularmente en el método. El valor de Incertidumbre de calibración se debe modificar cada vez que se realice la calibración del equipo. Con el valor de incertidumbre de calibración, se divide para el factor de cobertura ($k=2$). Para transformar este valor a una magnitud a

dimensional, se divide para el nivel en el que se hizo la medición de la incertidumbre.

Material de Vidrio

Para material volumétrico de vidrio se utiliza una distribución rectangular, Por lo tanto el \pm declarado en el material se lo divide para el factor de distribución $\sqrt{3}$. Luego se divide para el valor nominal que corresponde al volumen del material. [4]

Patrones de Referencia

En el caso de estándares, se deberá analizar el certificado de análisis. En el caso que tenga declarado el factor de cobertura se aplicará una distribución normal $k=2$ (95,45%). En los casos que incluya únicamente una tolerancia o error y no se declare factor de cobertura, se asumirá una distribución rectangular y se divide para $\sqrt{3}$. [4]

Cuando no se tenga un valor de tolerancia, ni de incertidumbre con factor de cobertura, y se declare el porcentaje de pureza, se restará

del 100% el porcentaje declarado para obtener el valor de error. Luego el valor de error se divide para $\sqrt{3}$.

Posteriormente, luego de dividir el error, tolerancia o incertidumbre para el factor de distribución, se procede a dividir para el valor nominal. Si la concentración del estándar está declarada en porcentaje de pureza se divide para 100, si está declarado en mg/l o ug/l, se divide para la concentración nominal del estándar.

Repetitividad y reproducibilidad del analista

Con los datos obtenidos de las réplicas, se calcula la desviación estándar de la muestra, Obtenida la desviación estándar, se procede a calcular la desviación estándar relativa (RSD). El valor obtenido de RSD, se corresponde a la Incertidumbre relativa. Posteriormente se transforma en la dimensional la medición dividiendo el valor de RSD para la media de los datos del estudio de R&R. En los métodos donde únicamente se evalué el factor del analista, la incertidumbre producto de las réplicas es considerada como la Incertidumbre típica fina.

Incertidumbre Típica Combinada

Debido a que el valor del mesurando no se determina directamente sino a partir varias magnitudes obtenidas de diferentes equipos,

reactivos y materiales es necesario combinar las incertidumbres típicas de cada factor. Para obtener la incertidumbre combinada (U_c), se eleva cada una de las U adimensionales al cuadrado, luego se suman todas las U^2 y se saca la raíz cuadrada. [4]

Dimensión de la Incertidumbre

En el caso de ensayos físicos, químicos o microbiológicos, con valores de porcentaje, mg/l o Unidades formadoras de colonia, la U dimensional se estima multiplicando la concentración media de la validación en el estudio repetibilidad y Reproducibilidad.

Incertidumbre Expandida

La incertidumbre expandida es una magnitud que define un intervalo en torno al resultado de una medición que incluye una fracción grande de la distribución de los valores que pueden atribuirse de forma razonable al resultado. Se calcula multiplicando la U adimensional por la concentración "C" y por un factor $K=2$ que representa un 95% de confianza. El resultado de una medición y su incertidumbre se expresa $C \pm U$, Donde "C" es la concentración del analito. Los cálculos de las incertidumbres de los métodos validados se encuentran en el APÉNDICE AB.

$$U = (u_c * K) * C$$

$$\text{Resultado} = C \pm U$$

4.6. Pruebas de Competencia

El Director de Calidad coordina y ejecuta la adquisición de los Proficiency Testing (PT). Los PT son adquiridos a un organismo reconocido con trazabilidad como AOAC, FAPAS o CAEAL. Estos se adquieren para cada uno de los análisis del alcance de la acreditación. Los PT son entregados al analista inmediatamente después de que arriban al laboratorio, los análisis son lleva a cabo de acuerdo al método que se encuentra en el alcance de acreditación y el Jefe de área le informa la fecha máxima para la entrega de los resultados.

Con los PT, al igual que con todos los análisis realizados por el laboratorio, se corre un material de referencia, se analizan los resultados y se acepta o rechaza el análisis. Finalmente aceptado el resultado éste es reportado al Director de Calidad quién reporta dicho resultado al organismo encargado de tabular los datos del PT.

Cuando se obtienen los resultados de la participación en los PT, el Director de Calidad y el analista examinan las tendencias del Z

score de los mismos. El Z score debe encontrarse entre ± 2 y de ser necesario se levanta una acción correctiva y/o acción preventiva.

Fórmula para el cálculo del Z score:

$$Z = \frac{x - u}{s}$$

Dónde:

x: Valor obtenido del ensayo.

u: Media de los resultados de los laboratorios.

s: Desviación estándar de los resultados de los laboratorios.

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

Conclusiones:

1. Los requisitos de Gestión de la ISO 17025 están basados en los lineamientos propuestos por la ISO 9001, por consiguiente los documentos de la ISO 17025 puede trabajarse como una extensión de la ISO 9001 que posee la ESPOL.
2. Los procedimientos, hojas de cálculos, formatos y documentos de gestión generados durante este proyecto sientan la base para la futura validación de otros parámetros fisicoquímicos de acuerdo a las necesidades del laboratorio.
3. Se eligió una matriz del tipo cárnica para la validación de humedad

debido al ser un producto de alta humedad y a su disponibilidad como material de referencia certificado.

4. Luego de una serie de pruebas de ensayo y error se determinó que las condiciones adecuadas para determinar humedad en cárnicos por termo-balanza son: temperatura 150°C y un factor de incandescencia de 40.
5. El análisis de varianza del método convencional y método rápido arrojó una desviación estándar de reproducibilidad máxima de 0.56 g/100g y 0.65 g/100g respectivamente. Estos valores reflejan a simple vista la alta precisión y exactitud del método.
6. La diferencia de varianzas y medias, evaluadas mediante prueba F y T, resultó ser no significativa estadísticamente, demostrando que el método de termo-balanza es tan preciso y exacto como el método convencional con un nivel de confianza del 95% en el presente trabajo.
7. La incertidumbre expandida de ambos métodos resultó ser menor al 1% indicando que el error que aportan los equipos y estándares es casi insignificante frente a la desviación estándar que aporta el analista.

Recomendaciones:

1. El número total de réplicas producto del diseño experimental no debe ser menor a 30, con el fin de asegurar un comportamiento probabilístico de distribución normal para un mismo nivel de concentración.
2. Antes de seleccionar una matriz de alimentos, se debe asegurar la disponibilidad de un material de referencia y prueba de competencia de este tipo.
3. Una diferencia significativa entre las varianzas muestrales, no descarta la posibilidad de que las medias de un mismo parámetro sean homogéneas. El estadístico que lo define será la prueba t de student.
4. El método de validación y el cálculo de incertidumbre establecidos en esta tesis son aplicables para cualquier ensayo fisicoquímico, sin embargo, para métodos que utilicen una curva de calibración se recomienda determinar la desviación estándar de la función respuesta y añadirla a la incertidumbre.

APÉNDICE A

	CÓDIGO IAL-MN-02	MANUAL DE FUNCIONES	Página 1 de 1
			Edición 1

CARGO	FUNCIONES
COORDINADOR DE CALIDAD	<i>Mantener activo al sistema en cuanto a su planificación y cumplimiento de actividades, y objetivos, seguimiento al plan de formación, seguimiento a las no conformidades, a las acciones preventivas, correctivas e indicadores, y velar porque la documentación que se deba generar de su aplicación, esté completa y debidamente ordenada.</i>
Coordinador de Carrera	<i>Aparte de manejar los asuntos correspondientes a la carrera y sus estudiantes, el coordinador de Carrera también funge como responsable de supervisar el manejo de los laboratorios y a sus encargados.</i>
DIRECTOR TECNICO Y DE CALIDAD	<i>Esta actividad se coordina con los profesores encargados de los distintos laboratorios de todas las carreras de la Facultad. A su cargo tendrán el manejo del sistema documental interno del laboratorio de alimentos y deberán cumplir y hacer cumplir los requisitos técnicos establecidos en la ISO 17025. Tales como, <u>Validación</u>, Pruebas de competencia, capacitación interna a estudiantes.</i>
Estudiante: Pregrado y Posgrado	<i>Los estudiantes que deseen hacer uso del laboratorio podrán hacerlo solo bajo aprobación y supervisión del coordinador de carrera o director técnico. El estudiante deberá seguir los procedimientos establecidos para métodos validados y proceder a usar los equipos de acuerdo a lo que indique su respectivo instructor.</i>
COORDINADOR DE INVESTIGACION	<i>Motivar y difundir la actividad investigativa dentro de la Facultad y ser el nexo con el CICYT y otros entes de la investigación, dentro y fuera de la ESPOL. Puede hacer uso del laboratorio con fines de investigación con la respectiva autorización de la carrera. Deberá seguir los procedimientos establecidos para métodos validados y proceder a usar los equipos de acuerdo a lo que indique su respectivo instructor.</i>
COORDINADOR DE PROGRAMA DE POSTGRADO	<i>Establecer con los Coordinadores de Carrera propuestas de programas de postgrado en todas sus versiones, esto es, especialista, diploma superior, magister y doctorado. Colaborar en su formulación y supervisión y ser el nexo con el Consejo de Postgrado de la ESPOL. Puede hacer uso del laboratorio con fines de investigación con la respectiva autorización de la carrera. Deberá seguir los procedimientos establecidos para métodos validados y proceder a usar los equipos de acuerdo a lo que indique su respectivo instructor.</i>
COORDINADOR ADMINISTRATIVO	<i>Solicitar el mantenimiento de instalaciones de la facultad a la oficina de mantenimiento de la ESPOL, coordinar el uso de mano de obra externa, supervisar y evaluar el trabajo de las auxiliares de servicio.</i>

APÉNDICE B

		CODIGO IAL-RG-001		LISTA DE DOCUMENTOS DEL LABORATORIO IAL			Página 1/1
NOMBRE DEL DOCUMENTO	CODIGO	NIVEL DE EMISION	TIPO DE DOCUMENTO	FECHA DE EDICION	NUMERO DE COPIAS DISTRIBUIDAS	FECHA ULTIMA REVISION	OBSERVACIONES
Manual de Calidad	IAL-MN-001	1	Manual	Julio 2013	1	Julio 2013	
Manual de Funciones	IAL-MN-002	1	Manual	Julio 2013	1	Julio 2013	
Procedimiento de Equipos	IAL-PG-001	1	Procedimiento	Julio 2013	1	Julio 2013	
Humedad: Metodo Convencional	IAL-PG-002	1	Procedimiento	Julio 2013	1	Julio 2013	
Humedad: Metodo Rapido	IAL-PG-003	1	Procedimiento	Julio 2013	1	Julio 2013	
Muestreo y Manipulacion de Muestra	IAL-PG-004	1	Procedimiento	Julio 2013	1	Julio 2013	
Materiales y Patrones de Referencia	IAL-PG-005	1	Procedimiento	Julio 2013	1	Julio 2013	
Control de Registros	IAL-PG-006	1	Procedimiento	Julio 2013	1	Julio 2013	
Procedimiento de Validacion	IAL-PG-007	1	Procedimiento	Julio 2013	1	Julio 2013	
Procedimiento de Incertidumbre	IAL-PG-008	1	Procedimiento	Julio 2013	1	Julio 2013	
Revisión por la Dirección	IAL-PG-009	1	Procedimiento	Julio 2013	1	Julio 2013	
Aseguramiento de Resultados	IAL-PG-010	1	Procedimiento	Julio 2013	1	Julio 2013	
Instructivo: Balanza KERN	IAL-IN-01	1	Instructivo	Julio 2013	1	Julio 2013	
Instructivo: Termo-Balanza KERN	IAL-IN-02	1	Instructivo	Julio 2013	1	Julio 2013	
Instructivo: ESTUFA MEMMERT	IAL-IN-03	1	Instructivo	Julio 2013	1	Julio 2013	
Instructivo: Carta Control	IAL-IN-04	1	Instructivo	Julio 2013	1	Julio 2013	
Lista de Documentos del Laboratorio IAL	IAL-RG-01	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Informe de Ensayo	IAL-RG-02	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Registro de Humedad: Metodo Convencional	IAL-RG-03	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Registro de Humedad: Metodo Rapido	IAL-RG-04	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Carta Control	IAL-RG-05	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Formato Electronico de Validacion	IAL-RG-06	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Formato Electronico de Incertidumbre	IAL-RG-07	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Objetivos de Validacion	IAL-RG-08	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Informe de Validacion	IAL-RG-09	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Registro de Equipos	IAL-RG-10	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Comparacion Estadistica de Varianzas y Medias	IAL-RG-11	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	
Verificacion de Balanzas	IAL-RG-12	1	Registro/Formato	Julio 2013	1	Julio 2013	

APÉNDICE C

	CÓDIGO IAL-PG-009	CONTROL DE REGISTROS	Página 1 de 1
			Edición 1

1. Objetivo
Detallar la forma como se identifican, recolectan, ~~accesan~~, indexan, archivan, almacenan, mantienen, disponen los registros de Calidad y técnicos que se generen en el sistema de Calidad del Laboratorio de Alimentos.

2. Alcance
Desde la elaboración hasta uso y almacenamiento de registros nuevos, incluyendo la identificación, recolección, acceso, archivo, almacenamiento, mantenimiento y disposición final de los mismos.

3. Responsables
Todos aquellos que realicen ensayos en el Laboratorio de Alimentos.

- Elaborar los Formatos de Registros de acuerdo a sus necesidades.
- Llenar los registros generales y técnicos de acuerdo a este procedimiento.

Director de Calidad

- Identificar, Codificar los Formatos de los Registros Generales y Técnicos del Sistema de Calidad.
- Revisar que los formatos elaborados para el Sistema de Calidad se encuentren acordes a los requisitos de la norma ISO 17025: 2005 y al Sistema de Calidad implementado.
- Distribuir los Formatos para registros, al personal involucrado en el Sistema de Calidad.
- Recibir y Revisar las solicitudes de cambio en Registros del Sistema de Calidad.
- Actualizar la lista de registros cuando existan inclusiones, eliminación o cambios en los registros.
- Elaborar, Revisar lo correspondiente al detalle técnico de los Registros.
- Realizar o Supervisar la recolección, acceso, indexación, archivo, almacenamiento, mantenimiento y disposición de los registros a su cargo mencionados en la lista de registros

4. Desarrollo
Cualquier profesor, encargado de laboratorio o estudiante puede elaborar formatos para registros del Sistema de Calidad, ya sea generales o de tipo técnico. Una vez elaborado, los usuarios del registro revisan el borrador para saber si están de acuerdo o se le hacen modificaciones. Completada la revisión del borrador, el encargado de elaborarlo lo entrega en medio físico ó por mail al Director de Calidad para su revisión formal.

Revisión y Aprobación de documentos

Finalizada la elaboración, el documento es entregado por quién lo elaboró al Director técnico, quién revisa que el documento se ajuste a los requisitos del Sistema de Calidad. Si el mismo cumple con los requisitos del Sistema, se aprueba. En el caso de que no se cumpla con los requisitos en el contenido, se lo devuelve a la persona quién elaboro para que haga las modificaciones.

El personal técnico archiva y almacena los registros correspondientes a los ensayos, mantenimiento de equipos, equipos de muestreo y demás registros técnicos. El Director de Calidad archiva y almacena los registros correspondientes al Sistema de Calidad en general, incluyendo los registros de auditorías internas, revisiones por la dirección, acciones preventivas y acciones correctivas.

Los registros se almacenan en condiciones normales de oficina de modo que se proteja del deterioro o mal uso de los mismos. Este almacenamiento debe ser de 5 años como mínimo en el caso de registros técnicos y registros administrativos.

Los registros electrónicos son almacenados en la computadora durante el tiempo que están en uso y con respaldo en CD. Se conservan por un periodo mínimo de 5 años.

APÉNDICE D

	CÓDIGO IAL-PG-009	REVISION POR LA DIRECION	Página 1 de 1 Edición 1
<p>1. Objetivo Establecer la sistemática para reuniones por la dirección, también llamada Reuniones gerenciales en donde se revise todo el Sistema de Calidad.</p> <p>2. Alcance Este procedimiento incluye la coordinación, ejecución de las reuniones gerenciales, elaboración del informe de la reunión y las acciones tomadas a partir de la reunión gerencial.</p> <p>3. Responsables Director de Calidad</p> <ul style="list-style-type: none">• Coordinar, Convocar la Reunión para la Revisión por la Dirección.• Preparar la reunión en lo referente al Sistema de Calidad, estado de Acciones Correctivas, Preventivas, Auditorías Internas y externas. Cambios, Actualizaciones en Políticas y/o Procedimientos, etc.• Controlar el tiempo de exposición de cada participante en la Reunión Gerencial.• Elaborar el informe de la Reunión Gerencial.• Realizar el seguimiento a la implementación de acciones (Correctivas, Preventivas o Mejora) tomadas en la Reunión Gerencial.• Presidir la reunión Gerencial.• Controlar el tiempo de exposición de cada participante en la Reunión Gerencial.• Realizar el seguimiento a la implementación de acciones (Correctivas, Preventivas o Mejora) tomadas en la Reunión Gerencial. <p>4. Desarrollo El Director de Calidad coordina dos veces al año (preferiblemente de forma semestral) la revisión de todo el sistema de Calidad y de las operaciones del laboratorio, coordina la fecha y hora apropiada para llevar a cabo la reunión, así como los temas a revisar.</p> <p>Cada uno de los participantes en la reunión, previamente elabora un resumen de su exposición, la misma que imprime y distribuye durante su explicación. También es válida la elaboración y presentación de dispositivas, las mismas que serán cortas, claras, sencillas, de forma que se muestren tendencias o se destaque de forma visual lo que el exponente quiere demostrar. No es adecuado llenar los informes de datos y números que no tienen sentido para una revisión gerencial, sino información clara y certera de cada resultado.</p> <p>La exposición de cada uno de los participantes no excederá los 20 minutos. El Director de Calidad monitorea que se cumplan con este tiempo. Al finalizar las presentaciones, se hace una mesa de discusión para tomar acciones de mejora o correctivas y esta discusión es facilitada por el Director de Calidad y la Gerencia presenta sus propuestas. Esta parte de la sesión se toma no más de 30 minutos.</p>			

APÉNDICE E

	CÓDIGO IAL-PG-02	DETERMINACION DE HUMEDAD POR METODO CONVENCIONAL	Página 1 de 1 Edición 1
ALCANCE DEL MÉTODO El método es aplicable para alimentos cárnicos, sean sólidos, o pastosos no susceptibles a degradación al ser sometidos a temperaturas superiores a 125º +/- 5º centígrados. Este método es inadecuado para productos ricos en sustancias volátiles distintas del agua.			
PROCEDIMIENTO <ul style="list-style-type: none">• Preparar las capsulas previo al análisis calentándolas dentro de la estufa a un temperatura de 130º centígrados y luego enfriándola a temperatura ambiente.• Todo análisis debe efectuarse al menos en duplicado y la muestra se homogeniza según corresponda.• Talar y registrar el peso de una capsula limpia, seca y debidamente rotulada.• Colocar en la cápsula una cantidad de muestra no superior a 2.0000 +/- 0.1 g y registrar el peso.• Colocar la cápsula en la estufa a una temperatura de 125º centígrados durante un tiempo no menor a 4 horas.• Como parte del aseguramiento de resultados se colocara un material de referencia, el cual se correrá en paralelo con las muestras.• Retirar la cápsula de la estufa, enfriar en un desecador y pesar rápidamente tan pronto haya alcanzado la temperatura ambiente. Registrar masa de la muestra y proceder con los cálculos.			
Expresión de Resultados.			
La fórmula para el cálculo de la humedad es:			
$\% \text{ Humedad} = \frac{Ma - Mb \times 100}{M}$			
Dónde: Ma: Masa de la cápsula más muestra en gramos. Mb: Masa de la cápsula más la muestra seca en gramos. M: Masa de la muestra sin secar en gramos.			
Registro de resultados			
Los resultados se registran en formato interno de Laboratorio, IAL-RG-03, el informe de ensayo se hace en el formato IAL-RG-02			

APÉNDICE F

	CÓDIGO IAL-PG-03	DETERMINACION DE HUMEDAD POR TERMO-BALANZA	Página 1 de 1
			Edición 1

ALCANCE DEL MÉTODO

Este método está diseñado para determinar humedad en carne y productos cárnicos en el rango de 60-75% de agua.

PROCEDIMIENTO

- Preparar la muestra adecuadamente según su tipo, las muestras pastosas y homogéneas no requieren mayor preparación, sin embargo las muestras sólidas deberán ser cortadas en trozos pequeños no mayores a 5-10 mm³, 2-3 mm de espesor y deberán ser tomadas de diferentes partes de la muestra sólida, evitando tomar de la superficie ya que esta podría no ser representativa al estar expuesta al aire y por ende perdiendo moléculas de agua constantemente.
- Encender el analizador de humedad KERN MLB50-3, Presionar la tecla "Tare/Stop" para que la termo-balanza entre en modo calentamiento durante 10 min.
- Después del precalentamiento, el equipo entrara en "Modo Pesaje", durante este modo se debe colocar la pesa muestra de aluminio en el compartimento de la balanza y luego presionar la tecla "Tare/Stop" para tarar el contenedor.
- Pesar 2.000 +/- 0.1 g de la muestra en el contenedor de aluminio. Procurar que la muestra se encuentre dispersa uniformemente por la superficie del plato.
- Presionar la tecla "F" y verificar que el equipo se encuentra en "Modo 1", este modo expresara el resultado en forma porcentaje de agua aplicando la siguiente formula:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{Mc \times 100}{M}$$

Dónde:

Mc: Peso perdido en gramos.

M: Masa de la muestra antes del secado en gramos.

- Presionar nuevamente la tecla "F" e ingresar a temperatura, la cual para cárnicos es 150° centígrados.
- Presionar nuevamente la tecla "F" e ingresar "40" en el intervalo o ciclo de incandescencia de la lámpara.
- Al cabo de 15 a 22 min la muestra habrá sido secada y la termo-balanza emitirá un pitido indicando que el análisis ha terminado.
- Como parte del aseguramiento de resultados se colocara un material de referencia, el cual se correrá antes del análisis de las muestras.
- Anotar los resultados de la muestra en los registros y los del material de referencia en la carta control del mismo.

Registro de resultados

Los resultados se registran en formato interno de Laboratorio, IAL-RG-04, el informe de ensayo se hace en el formato IAL-RG-02

APÉNDICE G

	CÓDIGO IAL-PG-007	PROCEDIMIENTO DE VALIDACIÓN	Página 1 de 4
			Edición 1

PROCESO DE VALIDACIÓN (ANOVA)

La validación de un método de análisis es el proceso destinado a comprobar que el método en cuestión es aceptable para el propósito para el cual se ha desarrollado. El objetivo de la validación de un método analítico es demostrar que el procedimiento proporciona los resultados esperados. La responsabilidad de validar el método en la práctica recae en el Jefe técnico de cada área y la supervisión y planificación de la validación es encargada al Director de Calidad.

Aunque hay una gran diversidad de criterios sobre cómo se deben realizar los estudios de validación, el esquema general aplicado se basa en definir y aplicar una serie de pruebas para comprobar si los resultados obtenidos cumplen los criterios de aceptación establecidos. Para los métodos propuestos en este proyecto la validación de los métodos analíticos se limitará solo a la determinación de los siguientes parámetros:

- Puesta a Punto
- Diseño experimental
- Precisión (repetibilidad y Reproducibilidad)
- Exactitud
- Comparación de Varianzas y medias (solo para un mismo parámetro analizado por dos o más métodos diferentes).

PUESTA A PUNTO

Previo a la realización de la validación se deben correr pruebas con muestras ciegas o certificadas hasta lograr estandarizar las condiciones idóneas para el desarrollo del método. Dichas condiciones no deben cambiar durante toda la validación o la desviación estándar de método podría generar una incertidumbre exorbitante e inadmisibles para cualquier organismo acreditador.

DISEÑO EXPERIMENTAL

Debido a que los resultados de los ensayos físico-químicos presentan una distribución estadística normal, el número de réplicas (Grados de libertad) por nivel de estudio debe ser suficiente para adquirir este comportamiento. La tabla de distribución t de Student, que está estrechamente ligada a la distribución normal de una pauta para establecer el número ideal de réplicas un intervalo de confianza del 95%. Dado que, la tendencia de esta distribución t tiende a 1.96, el número de réplicas será el mínimo número de grados de libertad que tenga un valor t cercano a 2.0 +/- 0.3.

PRECISIÓN

Refleja la medida en que los valores de una serie repetida de ensayos analíticos que se realizan sobre una muestra homogénea son semejantes entre sí. Generalmente, la precisión incluye la determinación de la repetibilidad (Sr) y la reproducibilidad (SR). El estudio de Precisión se puede realizar calculando un análisis simple de varianza de dos factores totalmente enidos homogéneos. El análisis de varianza se emplea para la planificación y evaluación de experiencias y permite medir el efecto cuantitativo de las variables de influencia sobre los resultados de los análisis. El mismo comprende de del cálculo consecutivo de 4 varianzas:

- K = n días de trabajo (Grupos muestrales)
- P = n réplicas por nivel (Tamaño)
- N = K * P (Número total de elementos muestrales)

Varianza del grupo (Vw)

Es el promedio de las varianzas de cada día de un mismo nivel.

$$Vw = \frac{\sum_1^k \left(\frac{\text{var}(X)_k}{P} \right)}{K}$$

APÉNDICE H

	CÓDIGO IAL-PG-008	CALCULO DE INCERTIDUMBRE	Página 1 de 3
			Edición 1
ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE			
<p>Desde un punto de vista estadístico la Incertidumbre se define como un parámetro asociada al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que pueden atribuirse de manera razonable al mesurando. En el caso de ensayos bromatológicos basados en métodos no estandarizados por agencias regulatorias la determinación de la incertidumbre se realiza identificando los factores que influyentes a través de un diagrama Causa-Efecto.</p>			
<p>El analista antes de cuantificar la incertidumbre realiza una estimación preliminar de los factores de la incertidumbre y elimina los factores insignificantes o no mesurables. Los factores de incertidumbre que siempre son cuantificados corresponden a la repetibilidad y/o Reproducibilidad del analista, Equipos, materiales e instrumentos de medida. La magnitud con la que estos factores afectan los resultados es considerado en los cálculos de la incertidumbre y ellos son predeterminados para la toma de acciones correctivas cuando ocurran problemas técnicos.</p>			
<p>Existen dos tipos de incertidumbre la de tipo A que es obtenida de las mediciones realizadas por el operador o por el laboratorio, y las de tipo B que provienen de un certificado de calibración. Ambos tipos pueden representar dos tipos de distribución estadística. Dependiendo del origen de la Incertidumbre la distribución puede ser Normal o Rectangular.</p>			
DISTRIBUCIÓN DE LA PROBABILIDAD			
<p>Una distribución de probabilidad describe como se espera que varíen los resultados. La distribución puede ser Normal, Rectangular o Triangular, y son modelos de gran utilidad para hacer inferencias y tomar decisiones en condiciones de incertidumbre.</p>			
<p>Cuando la incertidumbre se expresa en un cierto nivel de confianza para un determinado factor de cobertura esta se considera una distribución normal. Cuando la Incertidumbre es de tipo A, el factor de divisor es 1. Cuando la incertidumbre es de tipo B, y se declara que el factor de cobertura es $k=2$, 95.45%, el factor divisor es 2.</p>			
<p>La incertidumbre Rectangular provenientes de certificados de patrones, materiales de referencia o material volumétrico que se encuentran dentro de un intervalo de valores máximos y no se tiene una declaratoria del factor de cobertura. El uso dependerá del nivel de exigencia requerido en la dispersión de datos y su factor de división es $\sqrt{3}$. Para situaciones en la que se requiere un nivel más estricto de agrupación de datos, y no se tiene una declaratoria del factor de cobertura, se asume una distribución triangular cuyo factor divisor es $\sqrt{6}$.</p>			
ELABORACIÓN DE LA CARTA DE INCERTIDUMBRE			
EQUIPOS			
<p>Cuando se tiene certificado de calibración, se registra el valor de incertidumbre \pm declarado, de acuerdo al nivel usado regularmente en el método. El valor de Incertidumbre de calibración se debe modificar cada vez que se realice la calibración del equipo. Con el valor de incertidumbre de calibración, se divide para el factor de cobertura</p>			

APÉNDICE J

	CÓDIGO IAL-PG-001	PROCEDIMIENTO DE EQUIPOS	Página 1 de 2
			Edición 1

1. Objetivo
Establecer la sistemática a aplicar en la adquisición de equipos y patrones de referencia, así como en el mantenimiento, verificación y calibración de los mismos.

2. Alcance
Desde la necesidad de adquisición de equipo, materiales de referencia, y el posterior mantenimiento, verificación y calibración.

3. Responsables
Director Técnico

1. Evalúa la necesidad de adquisición de equipos, de acuerdo a los proyectos o métodos implementados en el laboratorio.
2. Solicita y coordina el Mantenimiento, Verificación y Calibración anual de los Equipos y Patrones de referencia.
3. Establece, revisa y supervisa el cumplimiento del Programa de Mantenimiento, Verificación y Calibración anual de los Equipos y Patrones de referencia.
4. Supervisa que los equipos deteriorados o descalibrados sean separados de su uso. Identificándolo como EQUIPO FUERA DE USO.

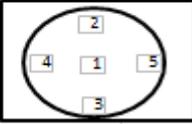
4. Desarrollo
De acuerdo a proyectos y métodos del laboratorio se establece la necesidad de adquirir un equipo. Para justificar la compra el Director Técnico evalúa el número de muestras que serán analizadas o la forma en que será utilizado el equipo.

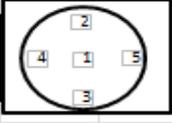
A cada equipo recibido y aprobado se le abre una carpeta, donde se mantienen: *Datos generales con información del equipo*, Identificación, Fabricante o marca del equipo, modelo, número de serie, localización, Manual de operación dado por el fabricante, historial de: chequeos realizados, verificaciones o calibraciones (cada vez que se realicen), reparaciones, mantenimientos realizados, evaluaciones a la calibración, verificación o mantenimiento, etc.

Cada equipo es codificado de forma única, este número es asignado de forma consecutiva de acuerdo a la lista de equipo, IAL-RG-010, con los códigos SVT-EQ-0XX. En esta lista se especifica, la marca, modelo, serie, área donde está ubicado y cualquier otro dato relevante. Anualmente (los primeros tres meses de año) el Responsable Técnico del área establecen un Programa de Mantenimiento, Verificación y Calibración.

En la fase inicial de uso, el equipo será operado por personal bajo vigilancia del proveedor o por el personal de mayor experiencia. Así cada vez que se tenga un nuevo operario será supervisado por el personal de mayor experiencia hasta que demuestre competencia en el manejo del equipo. Una vez que el proveedor o la persona que está entrenando aprueban el manejo, se emite un documento autorizando el uso del equipo. Los equipos solo pueden ser operados por personal entrenado y autorizado.

APÉNDICE K

		CODIGO IAL-RG-012	REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE BALANZAS		Página 1/1										
					Edición 1										
BALANZA:	KERN ALJ 220-4		ÁREA:	Laboratorio Bromatología											
FECHA:	Nov 19 2012		RESPONSIBLE:	Leonardo Cardenas											
Prueba de Repetibilidad															
lecturas: Kg/ g / mg															
1	100	6	99.9998												
2	100	7	99.9999												
3	99.9999	8	100.0001												
4	99.9997	9	99.9999												
5	99.9999	10	99.9999												
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr><td>Carga de prueba:</td><td>100g</td></tr> <tr><td>Tolerancia ± :</td><td>0.0005</td></tr> <tr><td>Desviación estandar</td><td>0.000133743</td></tr> <tr><td>Cumple (sí/no):</td><td>SI</td></tr> <tr><td>Carga de prueba -</td><td>1/2 Capacidad máxima oper.</td></tr> </table>						Carga de prueba:	100g	Tolerancia ± :	0.0005	Desviación estandar	0.000133743	Cumple (sí/no):	SI	Carga de prueba -	1/2 Capacidad máxima oper.
Carga de prueba:	100g														
Tolerancia ± :	0.0005														
Desviación estandar	0.000133743														
Cumple (sí/no):	SI														
Carga de prueba -	1/2 Capacidad máxima oper.														
Prueba de Excentricidad															
lecturas: Kg/ g / mg															
1	50.0002														
2	50.0005														
3	49.9999														
4	49.9993														
5	50.0001														
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr><td>Carga de prueba:</td><td>50g</td></tr> <tr><td>Tolerancia ± :</td><td>0.0005</td></tr> <tr><td>Desviación estandar</td><td>0.000447214</td></tr> <tr><td>Cumple (sí/no):</td><td>SI</td></tr> </table>						Carga de prueba:	50g	Tolerancia ± :	0.0005	Desviación estandar	0.000447214	Cumple (sí/no):	SI		
Carga de prueba:	50g														
Tolerancia ± :	0.0005														
Desviación estandar	0.000447214														
Cumple (sí/no):	SI														
															
Prueba de linealidad															
carga ascendente	lectura (g)	carga descendente	lectura (g)												
0	0.0000	100	100.0000	Tolerancia ± : 0.0005											
0.5	0.5001	50	50.0002	Desviación estandar 0.000185623											
1	0.9999	20	20.0003	Cumple (sí/no): SI											
5	5.0000	10	10.0001	Estim. lineal Ascendente											
10	10.0000	5	5.0000	1.0000008	0.0000188										
20	20.0002	1	0.9998	1.0000009	0.0000299										
50	50.0000	0.5	0.5000	0.0000010	0.0000408										
100	100.0001	0	0.0000	0.0000017	0.0000693										
				1.0000000	0.0000941										
				1.0000000	0.0001600										

		CODIGO IAL-RG-012	REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE BALANZAS		Página 1/1										
					Edición 1										
BALANZA:	KERN MLB 50-3		ÁREA:	Laboratorio Bromatología											
FECHA:	Nov 19 2012		RESPONSIBLE:	Leonardo Cardenas											
Prueba de Repetibilidad															
lecturas: Kg/ gr / mg															
1	20.0000	6	20.0000												
2	20.0000	7	20.0000												
3	20.0000	8	20.0000												
4	19.9999	9	20.0000												
5	20.0000	10	20.0000												
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr><td>Carga de prueba:</td><td>100g</td></tr> <tr><td>Tolerancia ± :</td><td>0.001</td></tr> <tr><td>Desviación estandar</td><td>3.16228E-05</td></tr> <tr><td>Cumple (sí/no):</td><td>SI</td></tr> <tr><td>Carga de prueba -</td><td>1/2 Capacidad máxima oper.</td></tr> </table>						Carga de prueba:	100g	Tolerancia ± :	0.001	Desviación estandar	3.16228E-05	Cumple (sí/no):	SI	Carga de prueba -	1/2 Capacidad máxima oper.
Carga de prueba:	100g														
Tolerancia ± :	0.001														
Desviación estandar	3.16228E-05														
Cumple (sí/no):	SI														
Carga de prueba -	1/2 Capacidad máxima oper.														
Prueba de Excentricidad															
lecturas: Kg/ gr / mg															
1	10.0001														
2	10.0004														
3	9.9999														
4	9.9995														
5	10.0000														
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr><td>Carga de prueba:</td><td>50g</td></tr> <tr><td>Tolerancia ± :</td><td>0.001</td></tr> <tr><td>Desviación estandar</td><td>0.000327109</td></tr> <tr><td>Cumple (sí/no):</td><td>SI</td></tr> </table>						Carga de prueba:	50g	Tolerancia ± :	0.001	Desviación estandar	0.000327109	Cumple (sí/no):	SI		
Carga de prueba:	50g														
Tolerancia ± :	0.001														
Desviación estandar	0.000327109														
Cumple (sí/no):	SI														
															
Prueba de linealidad															
carga ascendente	lectura (g)	carga descendente	lectura (g)												
0	0.000	50	50.004	Tolerancia ± : 0.001											
0.5	0.500	20	20.004	Desviación estandar 0.001824657											
1	1.000	10	10.002	Cumple (sí/no): NO											
5	5.001	5	5.001	Estim. lineal Ascendente											
10	10.002	1	1.000	1.0000003	0.0011298										
20	20.004	0.5	0.500	1.0000890	0.0004129										
50	50.002	0	0.000	0.0000168	0.0006770										
100	100.0001	0	0.0000	0.0000206	0.0004005										
				1.0000000	0.0015630										
				1.0000000	0.0009415										

APÉNDICE L

	CÓDIGO IAL-PG-005	MATERIALES Y PATRONES DE REFERENCIA	Página 1 de 1 Edición 1
<p>1. Objetivo Establecer la sistemática para la adquisición y manejo de Patrones y Materiales de Referencia.</p> <p>2. Alcance</p> <p>Incluye el proceso de compra de los Patrones y Materiales de referencia, manipulación, entrega y evaluación de resultados.</p> <p>3. Responsables</p> <p>Responsable Técnico</p> <ul style="list-style-type: none">• Selecciona el proveedor acreditado, marca, rango del material de referencia y Patrón de referencia.• Realiza el requerimiento para compra del material de Referencia y Patrón de referencia.• Reporta los resultados del material de referencia• Supervisa las mediciones realizadas con el Material de referencia y con el Patrón de Referencia.• Evalúa los resultados del material de referencia y del patrón de referencia.• Selecciona el proveedor acreditado para la compra de material y Patrones de Referencia.• Supervisa las mediciones realizadas con el Material de referencia y con el Patrón de Referencia.• Evalúa los resultados del material de referencia y del patrón de referencia. <p>4. Desarrollo</p> <p>En el primer trimestre del año, o cuando se valide un nuevo método, el Director de Calidad programan la compra de Materiales de referencia certificados. El proveedor del Material de Referencia y de los Patrones de referencia debe estar acreditado por un Organismo de Acreditación reconocido por el OAE o ILAC.</p> <p>Los materiales de referencia deben estar identificados con una etiqueta y poseer un certificado indicando el nivel de pureza o concentración, rango de medida, incertidumbre, el símbolo que indique el status de acreditación. Cuando el laboratorio no esté acreditado, especialmente en el caso de estándares, se solicita que el certificado de análisis señale el nivel de pureza, si es posible el valor de incertidumbre.</p> <p>En el caso de los Patrones de referencia el patrón debe estar acompañado por un certificado de calibración que indique la incertidumbre y/o valor de error. Patrones de referencia son usados únicamente para Verificación, por personal autorizado. En caso de que exista un factor de corrección como resultado de la calibración se debe considerar en la medición del resultado.</p> <p>Los materiales de referencia son almacenados de acuerdo al tipo de matriz o estándar. La temperatura y humedad a la que son almacenadas depende de la ficha técnica de cada producto. La temperatura a la que es almacenado el material de referencia es controlada diariamente por los analistas del área.</p>			

APÉNDICE M

	CÓDIGO IAL-PG-004	MUESTREO Y MANIPULACION DE MUESTRAS	Página 1 de 2
			Edición 1

MUESTREO

1. MATERIALES.

- Hielera.
- Hielo.
- Pinzas.
- Mechero de alcohol
- Espátula.
- Alcohol
- Hisopos
- Algodón
- Fósforos
- Fundas estériles
- Envases esta rehiles
- Pinzas estériles
- Tijeras estériles
- Gorro
- Guantes estériles
- Mascarillas
- Mandil
- Botas
- Tabla de muestreo.

2. SEGURIDAD.
Antes de un muestreo es importante tener en cuenta:

- Cumplir con los reglamentos de seguridad de cada industria cuando lo posea.
- Despojarse de anillos, reloj, aretes etc.
- Lavarse las manos con jabón yodado y/o desinfectante (si la planta lo posee).
- Se coloca los implementos necesarios (botas, mandil, gorros, mascarillas y guantes)

3. MUESTREO
El muestreador y los materiales se trasladan al lugar de muestreo. Llegada al sitio se contacta con la persona encargada y/o asignada, para que autorice el ingreso y con quien se hace el recorrido por los puntos de muestreo.

4. MUESTREO DE LÍQUIDO EN LLAVES.
Tome una bola del algodón humedecida con alcohol y páselo sobre la superficie exterior de donde se va a tomar la muestra (llave, o tubo de salida) luego se enciende un fósforo de modo que se encienda o a flamee la salida del fluido por unos segundos, se espera hasta que el alcohol se consuma lo cual se indica al perderse la llama. Se abre el drenaje y se deja fluir por unos segundos (de 5 a 10 seg). Al tomar la muestra se lo hace de una manera rápida de modo que no tengo mucho contacto con el ambiente, terminado el proceso se cierra el envase. Se procede a identificar el punto de muestreo y al mismo tiempo se identifica la muestra con la numeración asignada.

5. MUESTREO DE PRODUCTO SÓLIDOS.
Con la ayuda de las pinzas y tijeras estériles se procede a tomar muestras de distintas partes (de 3 partes como mínimo) con el fin de que la misma sea representativa, se colocan en la funda estéril hasta obtener un volumen aproximado de 500g.

APÉNDICE N

	CÓDIGO IAL-PG-010	ASEGURAMIENTO DE RESULTADOS	Página 1 de 2
			Edición 1
<p>1. Objetivo Establecer los diferentes procesos de control de calidad a implementar y monitorear con el fin de asegurar la calidad de los resultados.</p> <p>2. Alcance Incluye los controles de calidad diarios, pruebas interlaboratorios, etc., y las medidas a tomar en caso de que algún control este fuera de los límites permisibles.</p> <p>3. Responsables Responsable Técnico del área</p> <ul style="list-style-type: none">• Establecer las pruebas de competencia o interlaboratorio a realizar por cada área y asegurarse que las pruebas sean realizadas como ensayo de rutina.• Establecer los materiales de referencia a realizar por cada área y asegurarse que las pruebas sean realizadas como ensayo de rutina.• Supervisar el uso de muestras control en cada ensayo.• Supervisar la ejecución de curvas de calibración en cada lote/grupo de ensayos.• Analizar los resultados de las pruebas interlaboratorios, materiales de referencia y muestras control y tomar las acciones correctivas o preventivas cuando sean necesarias. <p>4. Desarrollo Muestra Control</p> <p>Se prepara una muestra control a partir de una muestra blanco que es fortificada, pudiendo ser a una concentración dentro del rango de validación. Preferible en niveles bajos y altos de la validación. Otra opción es usar una muestra con un valor de concentración conocida, en ambos casos la muestra control se analiza igual que una muestra de rutina.</p> <p>Los resultados de la muestra control se grafican en una carta de control, en la cual se establecen los límites basados en la validación **. Los valores aceptables son aquellos que se encuentran dentro de los límites de alarma (ej. 70%, 2SD, positivos o/negativos), otra opción, cuando se trate de muestras control de concentración conocida, los límites se establecen a través del estudio de Repetibilidad, siendo el límite de alarma el valor medio X más o menos 2SD y el límite de control el valor medio X más o menos 3SD. La muestra control es corrida con cada lote de análisis. Cada resultado es evaluado si está dentro del límite de alarma y/o control, si se encuentra fuera del límite de alarma se levanta una acción preventiva. Si la el resultado está fuera del límite de control se levanta una acción correctiva y se rechaza el lote de análisis.</p> <p>Análisis de muestras por replicas</p> <p>Siempre que sea posible, y para asegurar el resultado de análisis, los análisis de las muestras se ejecutan mediante replicas, (duplicados). Todos las réplicas de una misma muestra son sometidas a las mismas condiciones de análisis, esto es pH, temperatura de análisis, volumen, concentración de reactivos, etc. La diferencia máxima entre réplicas de una misma muestra se determina de acuerdo a la desviación estándar de repetibilidad obtenida en la validación.</p>			

APÉNDICE O

	CODIGO IAL-RG-002	INFORME DE ENSAYO	Página 1/1 Edición 1				
NOMBRE SOLICITANTE:	DIRECCION:						
FECHA DE INFORME:	FECHA DE ANALISIS						
FECHA DE MUESTREO:	LUGAR DE						
IDENTIFICACION DE MUESTRAS							
NUMERO	IDENTIFICACION DE ORIGEN		CODIGO LABORATORIO				
1							
2							
3							
PARAMETROS METODO DE REFERENCIA							
Humedad							
Proteina							
Ceniza							
Grasa							
RESULTADOS							
PARAMETROS	1		2		3		UNIDAD
	Resultado	U +/-	Resultado	U +/-	Resultado	U +/-	
Humedad							%
Proteina							%
Ceniza							%
Grasa							%
NOTA: Los resultados reportados corresponden únicamente a la(s) muestra(s) recibida(s) en el laboratorio. Este reporte no debe ser reproducido parcial o totalmente, excepto con la aprobación escrita del laboratorio.							
_____ Nombre y Firma Responsable							

APÉNDICE R

	CÓDIGO IAL-IT-001	INSTRUCTIVO DE LA BALANZA ANALITICA	Página 1 de 1
			Edición 1

Area:	Laboratorio Bromatología
Marca/Modelo:	Kern ALJ 220-4
Serie:	WL051858

Antes de pesar:

1. Verificar la nivelación de la balanza antes de realizar el pesaje. La nivelación se realiza girando adecuadamente los tornillos de regulación hasta que la burbuja de aire esté en el centro del círculo.

Funcionamiento:

1. Encender la balanza, automáticamente la balanza realiza la calibración interna.
2. La verificación de la balanza se la realiza con la ayuda de pesas externas certificadas. Para este caso se usan dos tipos de pesas de acuerdo a los valores de peso usualmente usados.
3. Se tara la balanza se coloca sobre el plato la pesa certificada, se espera unos minutos para que se establezca la lectura mostrada en la pantalla.
4. Colocar el recipiente en el cual se va a pesar la muestra, tarar y esperar que en la pantalla aparezca el cero.
5. Pesar la muestra colocándola en el recipiente, esperar que se establezca la balanza, anotar el peso.

CALIBRACION

- La calibración se la realiza de acuerdo a lo planificado en el programa de mantenimiento/calibración.

LIMPIEZA

- Para mantener la balanza operando apropiadamente mantener la cubierta y el plato limpia y libre de material extraño.
- Limpiar la balanza con un paño suave humedecido en agua y secar con un paño seco y suave.

RECOMENDACIONES

- Utilizar para el ajuste el juego de pesas certificadas.
- Tomar las pesas con una pinza, nunca con la mano, para no incorporar peso a las mismas.
- Mantener siempre limpia la balanza, no debe infiltrarse líquido o polvo a la misma.
- No utilizar detergentes agresivos, disolventes y similares.

APÉNDICE S

	CÓDIGO IAL-IT-02	INSTRUCTIVO DE LA TERMO-BALANZA	Página 1 de 2
			Edición 1

Área:	Laboratorio Bromatología
Marca/Modelo:	Kern MLB 50-3
Serie:	WL063894

Antes de pesar:

1. Verificar la nivelación de la Termo-balanza antes de realizar el pesaje. No debe haber corrientes de aire fuertes que produzcan variaciones significativas.

Funcionamiento:

1. Encender el analizador de humedad KERN MLB50-3, Presionar la tecla "Tare/Stop" para que la termo-balanza entre en modo calentamiento durante 10 min.
2. Después del precalentamiento, el equipo entrara en "Modo Pesaje", durante este modo se debe colocar los pesa muestra de aluminio en el compartimento de la balanza y luego presionar la tecla "Tare/Stop" para tarar el contenedor.
3. Pesar 2.000 +/- 0.1 g de la muestra en el contenedor de aluminio. Procurar que la muestra se encuentre dispersa uniformemente por la superficie del plato.
4. Presionar la tecla "F" y verificar que el equipo se encuentra en "Modo 1", este modo expresara el resultado en forma porcentaje de agua aplicando la siguiente formula:
$$\% \text{ Humedad} = \frac{Mc \times 100}{M}$$

Dónde:
Mc: Peso perdido en gramos.
M: Masa de la muestra antes del secado en gramos.
5. Presionar nuevamente la tecla "F" e ingresar a temperatura, la cual para cárnicos es 150º centígrados.
6. Presionar nuevamente la tecla "F" en ingresar "40" en el intervalo o ciclo de incandescencia de la lámpara.
7. Al cabo de 15 a 22 min la muestra habrá sido secada y la termo-balanza

CALIBRACION

- La calibración se la realiza de acuerdo a lo planificado en el programa de mantenimiento/calibración.

APÉNDICE T

	CÓDIGO IAL-IT-03	INSTRUCTIVO DE LA ESTUFA	Página 1 de 2

Área:	Laboratorio Bromatología
Marca/Modelo:	MEMMERT SM 200
Serie:	S2020224

Funcionamiento:

1. La apertura de la puerta se realiza tirando de la perilla de la puerta. El cierre de la misma se realiza presionando hacia adentro la perilla.
2. El módulo del interruptor principal presenta:
 - Perilla de conmutación para el ajuste de los modos de servicio
 - Tres pilotos luminosos para detectar el estado de servicio: Verde indica el uso del calefactor, el rojo indica alguna anomalía y el amarillo que está encendido.
 - Válvulas de regleta para regular la entrada de aire fresco: el 0 indica que la trampilla está cerrada y 6 indica la entrada máxima de aire.
3. Si se coloca el interruptor principal en posición "O" indica que el aparato está apagado. Si se coloca el interruptor principal en posición "I" indica que el aparato está en servicio permanente. Si se coloca el interruptor principal en posición que muestra la figura de un reloj, quiere decir que el aparato está con servicio de reloj programador.
4. El manejo del módulo de regulación se realiza a través del regulador giratorio. Se ajusta el regulador de temperatura a la requerida que va de 30°C hasta 220°C, la escala puede fijarse con el tornillo "lock".
5. Para utilizar el servicio de reloj, primero se ajustan las temperaturas según lo indicado en la pauta anterior.
6. Se coloca el interruptor principal en la figura del reloj y se ajusta en el tiempo de funcionamiento requerido con la perilla giratoria que indica el tiempo.
7. El aparato se apaga luego de transcurrido el tiempo ajustado.

CALIBRACION

- La calibración se la realiza de acuerdo a lo planificado en el programa de mantenimiento/calibración.

APÉNDICE U

	CÓDIGO IAL-IT-04	INSTRUCTIVO DE LA CARTA CONTROL	Página 1 de 1 Edición 1
<ul style="list-style-type: none">• Puntos más allá de los límites de Control.- La presencia de uno o más puntos más allá de su límite de control es la evidencia primaria de descontrol en ese punto, ya que dichos puntos serían muy raros si sólo la variación de las causas comunes estuviera presente.• Patrones o tendencia dentro de los límites de Control.- La presencia de patrones o tendencias inusuales puede ser evidencia de descontrol durante el periodo que se presente.• Corridas.- Si encontramos 7 consecutivos por arriba o por debajo de la línea central, o bien 7 puntos consecutivos que se incrementan o decrecen son evidencia de que el proceso está fuera de control y que es necesario encontrar la causa especial de variación.• Otros patrones.- Si substancialmente más de 2/3 de los puntos están cerca de la media (para 25 subgrupos si sobre el 90% están en el tercio medio de la región de los límites de control si menos del 40% están en el tercio medio) se puede considerar el proceso fuera de control.• Decidir sobre la acción futura.- Para cada indicación de una condición fuera de control en los datos, es necesario analizar el proceso para determinar la razón de la causa especial y tomar acciones para corregir dicha situación y prevenir su recurrencia.			
<p>Acción correctiva.- De encontrarse algún dato ó grupo de datos fuera de control ó de las 3SD detener el trabajo para ese método y tomar una acción correctiva PG-0601, realizando la investigación de la causa involucrando en el análisis lo detallado en el diagrama de causa y efecto y de todos los datos adicionales que sean necesarios. Posterior al cierre de la acción correctiva se reanudará el trabajo.</p>			
<p>Acción preventiva.- De encontrarse algún dato fuera de las 2SD tomar una acción preventiva PG-0701 para este método, realizar la investigación de la causa y determinar las posibles acciones a seguir. -No se detiene el trabajo-. De continuar la tendencia levantar una acción correctiva.</p>			

APÉNDICE V



The Food and Environment Research Agency
Sand Hutton, York, YO41 1LZ
Tel: +44 (0)1904 462100 Fax: +44(0)1904 462040
testmaterials@fapas.com www.fapas.com

FAPAS[®] TEST MATERIAL SPECIFICATION SHEET	T0151
--	--------------

Reference Number	T0151
Description of Test Material	Canned Meat
Weight / Volume of Contents	150g
Storage Instructions	Ambient
Date of Analysis	Jan 2007 - Mar 2007
Available Until †	02 Jan 2017

Analyte	Units	Assigned Value (X)	Satisfactory Range	No. of labs producing X
Moisture	g/100g	65.53	64.61 - 66.44	107
Ash	g/100g	3.12	2.91 - 3.33	98
Total Fat	g/100g	9.17	8.21 - 10.12	79
Nitrogen	g/100g	3.67	3.54 - 3.81	102
Hydroxyproline	g/100g	0.827	0.719 - 0.934	72

Comments:
You may use any method of analysis you wish. Remove all of the sample from the can, scraping the inside of the can carefully. This should ensure that all the fat from the sides of the can is incorporated. Mix the contents in a blender to ensure the sample is homogeneous before analysis.

FAPAS[®]
September 2011



The Food and Environment Research Agency
Sand Hutton, York, YO41 1LZ
Tel: +44 (0)1904 462100 Fax: +44(0)1904 462040
testmaterials@fapas.com www.fapas.com

FAPAS[®] TEST MATERIAL SPECIFICATION SHEET	T0166QC
--	----------------

Reference Number	T0166QC
Description of Test Material	Canned Meat Meal
Weight / Volume of Contents	150g
Storage Instructions	Ambient
Date of Analysis	Jan 2010 - Mar 2010
Available Until †	14 Jan 2020

Analyte	Units	Assigned Value (X)	Satisfactory Range	No. of labs producing X
Moisture	g/100g	70.97	69.97 - 71.96	90
Ash	g/100g	0.963	0.885 - 1.040	86
Total Fat	g/100g	7.95	7.12 - 8.77	57
Nitrogen	g/100g	0.823	0.794 - 0.853	83
Sodium	g/100g	0.175	0.157 - 0.193	60
Chloride	g/100g	0.291	0.235 - 0.346	46
Starch	g/100g	10.00	8.88 - 11.12	29

Comments:
You may use any method of analysis you wish. Remove all of the sample from the can, scraping the inside of the can carefully. This should ensure that all the fat from the sides of the can is incorporated. Mix the contents in a blender to ensure the sample is homogeneous before analysis.

FAPAS[®]
March 2012

APÉNDICE W

	CÓDIGO IAL-RG-010	OBJETIVOS VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Página 1 de 1 Edición 1
OBJETIVOS VALIDACIÓN DE MÉTODOS			
<input type="checkbox"/>			
Parámetros		Objetivos	
Selectividad/Especificidad			
Precisión (Repetibilidad y/o reproducibilidad)			
Exactitud (Términos de error / % de recuperación)			
Incertidumbre			
Intervalo de Trabajo			
<input type="checkbox"/>			
DISEÑO EXPERIMENTAL			
Esquema de repeticiones y días			
Muestras que se dispone para la validación			
Procesamiento			
Unidades de Lectura			
Interpolación y Cálculos			
Exactitud			
Tratamiento estadístico			

APÉNDICE X

	CÓDIGO IAL-RG-008	INFORME DE VALIDACIÓN	Página 1 de 1
			Edición 1

Método analítico:

CUANTITATIVO CUALITATIVO DE IDENTIFICACIÓN	Analito: Unidades: Matriz:
--	---

PRECISIÓN, EXACTITUD, INCERTIDUMBRE						
Nivel: <i>Conc.</i>	Repetibilidad		Reproducibilidad		Exactitud % Recuperación	U Expand %U (k=2)
	Sr	%CVr	Sr	%CVr		

SELECTIVIDAD / ESPECIFICAD
TIPO DE INTERFERENCIA: CORRECCIÓN:

INTERVALO DE TRABAJO VALIDADO:

SE CONSIDERA AL METODO VALIDADO:
Si No

EL Responsable Técnico.....

Firma:

Fecha:

APÉNDICE Y

		CODIGO IAL-PG-011		Comparacion estadística de Varianzas y Medias		Pagina 111 Edicion 1				CODIGO IAL-PG-011		Comparacion estadística de Varianzas y Medias		Pagina 111 Edicion 1	
Comparacion de Varianzas															
Parametro:	Humedad	Parametro:	Humedad												
Unidad:	Porcentaje (%)	Unidad:	Porcentaje (%)												
Concentracion del Nivel	65.53	Concentracion del Nivel	70.97												
Metodo 1	Convencional	Metodo 1	Convencional												
Metodo 2	Termo-Balanza	Metodo 2	Termo-Balanza												
Nivel de Significacion (%)	95	Nivel de Significacion (%)	95												
Metodo	Medias	Varianza de Reproducibilidad	Grados de Libertad (v)	Metodo	Medias	Varianza de Reproducibilidad	Grados de Libertad (v)								
Termo-Balanza	65.663	0.3001	34	Termo-Balanza	70.979	0.291	34								
Convencional	65.457	0.2866	34	Convencional	70.961	0.3098	34								
Valor F Calculado	1.169524552			Valor F Calculado	1.064604811										
Valor F tabulado	1.772066477			Valor F tabulado	1.772066477										
Evaluacion Logica	No hay diferencia significativa			Evaluacion Logica	No hay diferencia significativa										
Tamano Muestral	Igual			Tamano Muestral	Igual										
Comparacion de medias para varianzas iguales de IGUAL tamano muestral															
Calculo de t	1.609889501	Calculo de t	0.195408835												
t tabulada	1.630324255	t tabulada	1.630324255												
Evaluacion Logica	No hay diferencia significativa	Evaluacion Logica	No hay diferencia significativa												
Comparacion de medias para varianzas iguales de DIFERENTE tamano muestral															
Calculo de t	1.633392781	Calculo de t	0.137385711												
t tabulada	1.668270514	t tabulada	1.668270514												
Evaluacion Logica	No hay diferencia significativa	Evaluacion Logica	No hay diferencia significativa												
Comparacion de medias para varianzas desiguales independientemente del tamano muestral															
Calculo de t	1.609889501	Calculo de t	0.195408835												
Grados efectivos de libertad t tabulada	33476.28913	Grados efectivos de libertad t tabulada	29886.74268												
Evaluacion Logica	No hay diferencia significativa	Evaluacion Logica	1.644893146												
			1.644904441												
			No hay diferencia significativa												

APÉNDICE AB

	CÓDIGO IAL-IT-04	INSTRUCTIVO DE LA CARTA CONTROL	Página 1 de 1
			Edición 1

- **Puntos más allá de los límites de Control.**- La presencia de uno o más puntos más allá de su límite de control es la evidencia primaria de descontrol en ese punto, ya que dichos puntos serían muy raros si sólo la variación de las causas comunes estuviera presente.
- **Patrones o tendencia dentro de los límites de Control.**- La presencia de patrones o tendencias inusuales puede ser evidencia de descontrol durante el periodo que se presente.
- **Corridas.**- Si encontramos 7 consecutivos por arriba o por debajo de la línea central, o bien 7 puntos consecutivos que se incrementan o decrecen son evidencia de que el proceso está fuera de control y que es necesario encontrar la causa especial de variación.
- **Otros patrones.**- Si substancialmente más de 2/3 de los puntos están cerca de la media (para 25 subgrupos si sobre el 90% están en el tercio medio de la región de los límites de control si menos del 40% están en el tercio medio) se puede considerar el proceso fuera de control.
- **Decidir sobre la acción futura.**- Para cada indicación de una condición fuera de control en los datos, es necesario analizar el proceso para determinar la razón de la causa especial y tomar acciones para corregir dicha situación y prevenir su recurrencia.

Acción correctiva.- De encontrarse algún dato o grupo de datos fuera de control o de las 3SD detener el trabajo para ese método y tomar una acción correctiva PG-0601, realizando la investigación de la causa involucrando en el análisis lo detallado en el diagrama de causa y efecto y de todos los datos adicionales que sean necesarios. Posterior al cierre de la acción correctiva se reanudará el trabajo.

Acción preventiva.- De encontrarse algún dato fuera de las 2SD tomar una acción preventiva PG-0701 para este método, realizar la investigación de la causa y determinar las posibles acciones a seguir. -No se detiene el trabajo-. De continuar la tendencia levantar una acción correctiva.

BIBLIOGRAFÍA

1. Norma ISO/IEC 17025. Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, (2005)
2. AOAC 930.15 Determination de water in food. Official Methods of Analysis 18th Edition, (2005)
3. Validación de Métodos de ensayo (FQ). Asecal, Madrid (2011)
4. Cálculo de la Incertidumbre del Resultado de Medidas. Asecal, Madrid (2011)
5. Lothar Sachs, Estadística Aplicada. Editorial Labor, S.A., (1978)
6. OAE CR GA01 R00 Criterios Generales. Acreditación de laboratorios de ensayo y calibración, Quito (2011).
7. The Fitness for Purpose of Analytical Methods EURACHEM Guide, December (1998)