



Resultados de medición basados en el aseguramiento de la calidad

El aseguramiento de la calidad y la analítica van unidos de forma inexorable. Para asegurar un alto nivel de calidad de los resultados de medida no sólo es decisivo el tipo de → *proceso analítico* (analítica normalizada/operativa) utilizado; sino que es mucho más importante el cuidado y atención que se pone en cada uno de los pasos de trabajo y las → *medidas implementadas para el aseguramiento de la calidad*. Para ello, el fabricante ejecuta una parte importante de las medidas de aseguramiento de la calidad para los usuarios de cubetas-test de LANGE. Los correspondientes → *certificados de calidad* están siempre disponibles, p. ej. en Internet en la dirección www.hach-lange.es. También se proporciona ayuda al usuario para llevar a cabo las distintas medidas de control de calidad; la gama de soluciones → *ADDISTA* constituye material para los puntos esenciales del ACA.

Autora:

Petra Pütz

- Dipl.-Ing. Chemie [Ing. Dipl. en Ingeniería Química]
- Productos de laboratorio de aplicación HACH LANGE



LANGE 

¿Es el control de calidad necesario en la analítica?

La calidad de las mercancías y los servicios es de capital importancia hoy en día. Compradores y usuarios esperan unos altos estándares de calidad de proveedores y fabricantes. Este es el motivo por el que la calidad de los servicios y productos que se ofrecen se debe controlar y documentar varias veces (p. ej. como lo describe la ISO 9001:2000). En sentido figurado, los resultados de los análisis también pueden considerarse mercancías y tienen que ser capaces de demostrar su calidad para que puedan ser utilizados y comparados. La responsabilidad de los datos resultantes recae en el “productor”; es decir, los propios usuarios o sus supervisores. Ambos son, por tanto, los responsables de las posibles interpretaciones y decisiones erróneas tomadas como consecuencia de unos resultados analíticos incorrectos.

Calidad del producto
+ Calidad de la aplicación
+ Medidas de aseguramiento de la calidad
= Calidad del resultado

El incorporar medidas apropiadas de control de calidad en los puntos importantes del proceso analítico asegura unos análisis fiables, así como la garantía del responsable.

Cómo se organiza el aseguramiento de la calidad en el laboratorio

La organización y realización del Aseguramiento de la Calidad Analítica en el laboratorio implica tener que tratar con diversas normas internacionales y nacio-

nales, p. ej. ISO 17025 y, en Alemania, las hojas de trabajo LAWA [Grupo de Trabajo Alemán sobre Asuntos del Agua] y la hoja de trabajo A 704 de la DWA [Asociación Alemana para Aguas, Aguas residuales y Residuos].

Los puntos esenciales son:

- Definición de las medidas a implementar
- Medidas internas y externas de aseguramiento de la calidad
- Sistema de análisis (control y mantenimiento)
- Personal de laboratorio (cualificación y formación)
- Documentación de las medidas que se han implementado

Nuestro principal objetivo es definir unos estándares de calidad unitarios para los resultados de medida de los análisis operativos. Se establecerán unos requisitos de principio tanto para los propios métodos operativos como para los fabricantes de instrumentos y reactivos y para los usuarios. Los requisitos son aplicables de forma general a las E.D.A.R. municipales e industriales.

Bloques componentes del control de calidad

El ACA puede subdividirse en dos áreas:

1. Aseguramiento de calidad interno

Es efectuado por el propio usuario in situ.

2. Aseguramiento de calidad externo

Resulta, por ejemplo, de la colaboración entre el usuario y el fabricante o entre diferentes laboratorios (fábricas).

Las definiciones operativas (definición de medidas, frecuencia y objetivos del control de calidad) contribuyen a per-

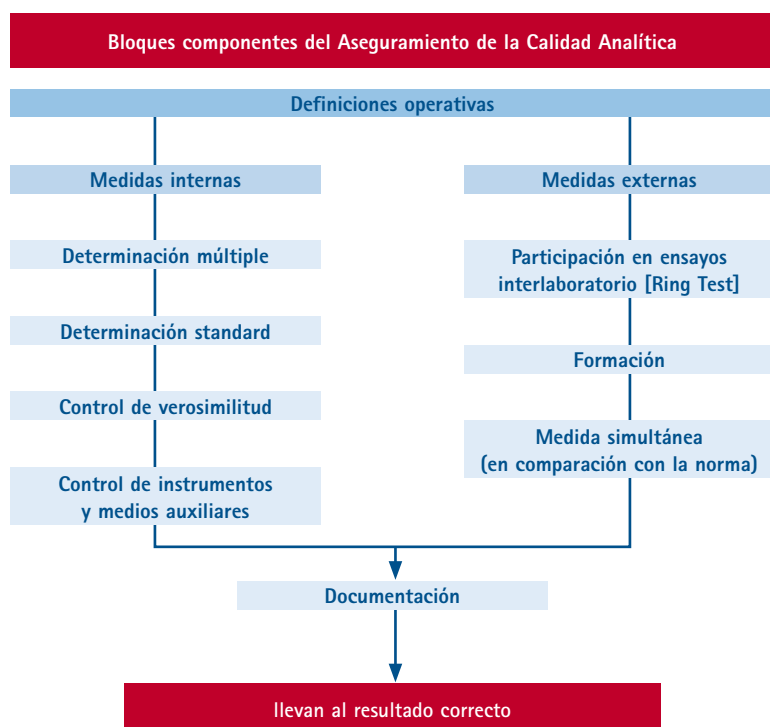


Fig. 1: Medidas internas y externas de aseguramiento de la calidad.



Fig. 2: Las distintas medidas de aseguramiento de la calidad y sus ventajas.

sonalizar las medidas individuales para que se adapten a las necesidades de la operación correspondiente.

ADDISTA

HACH LANGE ha creado un sistema orientado a la práctica para la analítica operativa que reúne los distintos bloques componentes del Aseguramiento de la Calidad Analítica. Con las soluciones ADDISTA se pueden llevar a cabo las medidas fundamentales del sistema de Aseguramiento de la Calidad Analítica. La gama ADDISTA incluye una solución standard apta para las cubetas-test de LANGE y dos soluciones "ciegas" para ensayos interlaboratorio [Ring Test]. Para el campo de la analítica de proceso de nutrientes contiene una

solución standard y una solución para ensayos interlaboratorio.

Determinación standard

El análisis periódico de una solución standard forma el marco básico de todo proceso de Aseguramiento de la Calidad Analítica. Para ello se analizan soluciones con un contenido conocido y se documentan las lecturas en una tarjeta de control de standards. Si las lecturas calculadas están dentro de un intervalo de confianza predeterminado (difusión permitida alrededor del valor de consigna) se confirma que el equipo empleado, como puede ser el fotómetro, la cubeta-test, las pipetas, etc., funciona correctamente y que el análisis se realizó de la forma debida.

Control de verosimilitud

A pesar de unos métodos y equipos correctos las muestras pueden contener sustancias que distorsionan un análisis (p. ej. altas concentraciones de DQO en la determinación de nitrato). Estas sustancias pueden detectarse mediante dilución o adición.

Dilución

La muestra es, por ejemplo, diluida 1:10, es decir; 1 ml de muestra + 9 ml de agua destilada, y después analizada de acuerdo con las instrucciones de trabajo. El resultado determinado debe ser comparable con el resultado de medida de la muestra original una vez se ha tomado en cuenta el factor de dilución. Al seleccionar el nivel de dilución es

Ensayos interlaboratorio (Ring Test): en uso desde hace más de 20 años



ADDISTA para la analítica de laboratorio con soluciones A+B para ensayos interlaboratorio [Ring Test] y solución standard para ensayos intralaboratorio (Interno)



ADDISTA para los instrumentos de medida de proceso AMTAX, NITRATAX y PHOSPHAX

importante observar los límites del rango de medida. Si el resultado de la medición de la muestra original ya está en el rango de medida bajo de la cubeta-test, se deberá adicionar la muestra.

Adición

Implica mezclar la muestra con la solución adicionada y después medir ésta con la cubeta-test correspondiente (E1). De forma simultánea también se mide la muestra sin solución adicionada (E2). El ratio de adición se calcula como sigue:

$$\text{Ratio de adición} = E1 - E2/2$$

El ratio de adición calculado de esta manera deberá encontrarse ahora dentro de un intervalo de confianza pre-determinado (especificado en la parte posterior de la caja de ADDISTA correspondiente). Si el valor está fuera de este intervalo es que la muestra contiene iones interferentes y debe ser preparada mediante un método adecuado (dilución, disgregación, etc., en función del tipo de muestra). Un método sencillo para eliminar fallos es, con frecuencia, diluir la muestra, pues con ello también se reduce la concentración de sustancias interferentes.

Participación en ensayos interlaboratorio

El ensayo interlaboratorio es un elemento importante del aseguramiento de calidad externo. El principio consiste en que muestras idénticas son analizadas de forma independiente por varios participantes en condiciones comparables. El trabajo de los distintos participantes puede evaluarse utilizando los resultados individuales. El proceso también proporciona información sobre la precisión y corrección de la metódica. Para participar en los ensayos interlaboratorio que se llevan a cabo con regularidad se

requieren laboratorios reconocidos oficialmente; esto es para asegurar que la calidad de los laboratorios autorizados pueda comprobarse en todo momento. La participación en un ensayo interlaboratorio también es con frecuencia un requisito para el reconocimiento de la paridad de los métodos analíticos operativos. En el caso de una participación satisfactoria en un ensayo interlaboratorio de HACH LANGE, el participante recibe una evaluación completa del ensayo interlaboratorio y un certificado.

Determinación múltiple

Determinaciones múltiples para una muestra o para la repetición de pasos individuales de un análisis (p. ej. muestreo) aumentan la fiabilidad de los distintos resultados de medida. Las determinaciones múltiples permiten detectar los valores erróneos importantes inmediatamente y, calculando la media de los valores de medida, se mejora de forma considerable la precisión de los resultados. Las determinaciones dobles son



Certificado que demuestra la participación satisfactoria en los ensayos interlaboratorio

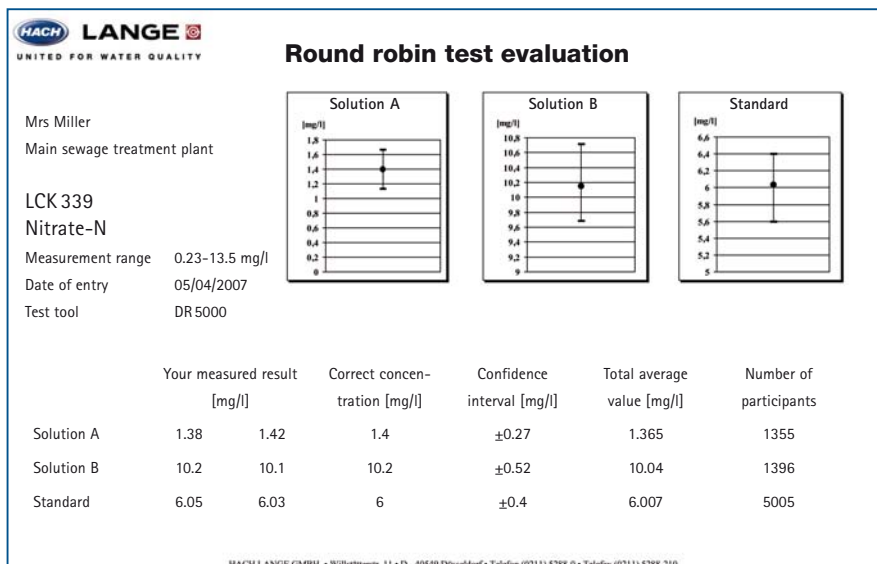


Fig. 3: Evaluación de los ensayos interlaboratorio mediante el ejemplo del parámetro nitrato-nitrógeno. Se dan cada uno de los resultados individuales calculados por el usuario, más la concentración correcta, el intervalo de confianza, el valor promedio total y el número total de participantes en el ensayo interlaboratorio.

parte de la analítica diaria, sea cual sea la metodica utilizada.

Medición simultánea

Aunque los procedimientos analíticos operativos proporcionan resultados comparables con los procedimientos estándar para casi todas las matrices de muestra normales, los usuarios se centrarán en la cuestión de la comparabilidad de los resultados con el procedimiento de referencia. Durante la comprobación oficial se recomienda por lo tanto dividir la muestra y analizarla de forma simultánea a la cubeta-test, incluidas las medidas de aseguramiento de la calidad necesarias.

Formación

Con la participación periódica en seminarios de formación (p. ej. anualmente) se mantiene el conocimiento analítico al día y se actualiza o se profundiza en el mismo desde el punto de vista espe-

cializado. Al entender las interrelaciones analíticas, reconocer las fuentes de error posibles y llevar a cabo trabajos prácticos en grupo aumenta la capacidad de hacer el mejor uso posible del análisis operativo y de evaluar correctamente los resultados de medida.

Control de instrumentos y accesorios

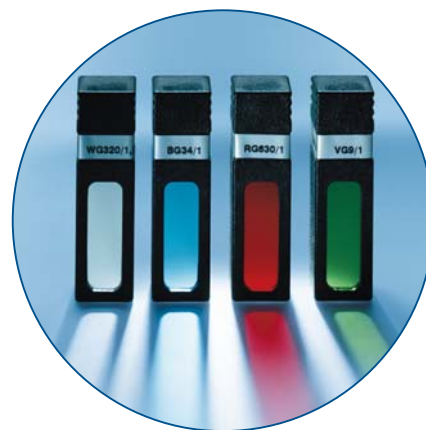
Para los fotómetros de HACH LANGE hay disponibles sets de filtros de calibración para el control de la luz difusa y la exactitud fotométrica. Estos sets permiten al propio usuario chequear sus instrumentos rápida y fácilmente. Los datos resultantes se anotan en el registro de ensayos.

Otra posibilidad, externa, de comprobación de los fotómetros o los instrumentos de medida de proceso es contratar un paquete de servicio de HACH LANGE (anteriormente un contrato de mantenimiento). Para más información



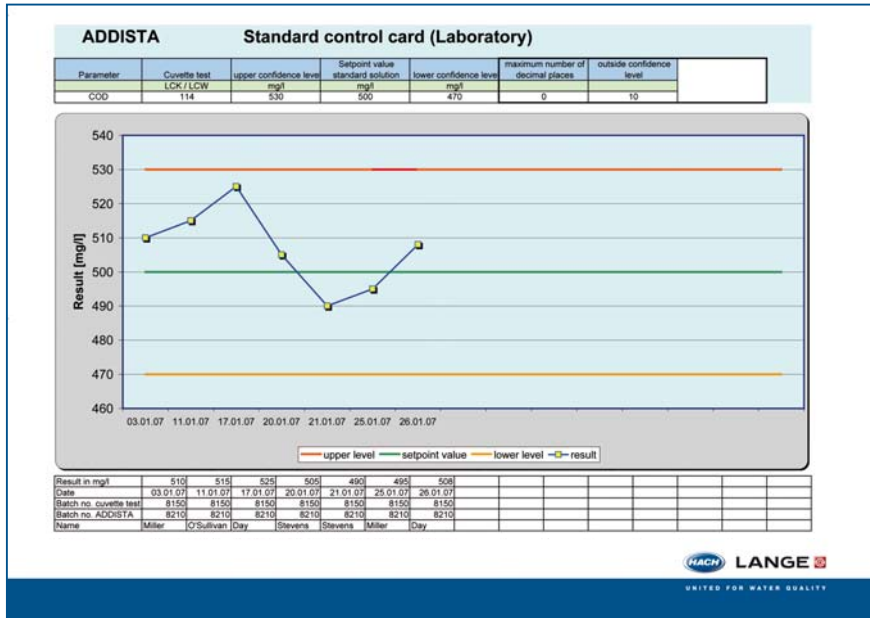
"Nuestro ensayo interlaboratorio [Ring Test] gratuito en Europa ha probado su eficacia durante más de 20 años. El altísimo nivel de aceptación de este simple y conocido método de control de calidad externo lo demuestra el creciente número de participantes que observamos cada año. La alta tasa de éxito de más de un 85% de ensayos interlaboratorio positivos es una prueba del buen trabajo analítico llevado a cabo por los usuarios de HACH LANGE."

Sabine Kater, Directora de Producto,
HACH LANGE Düsseldorf

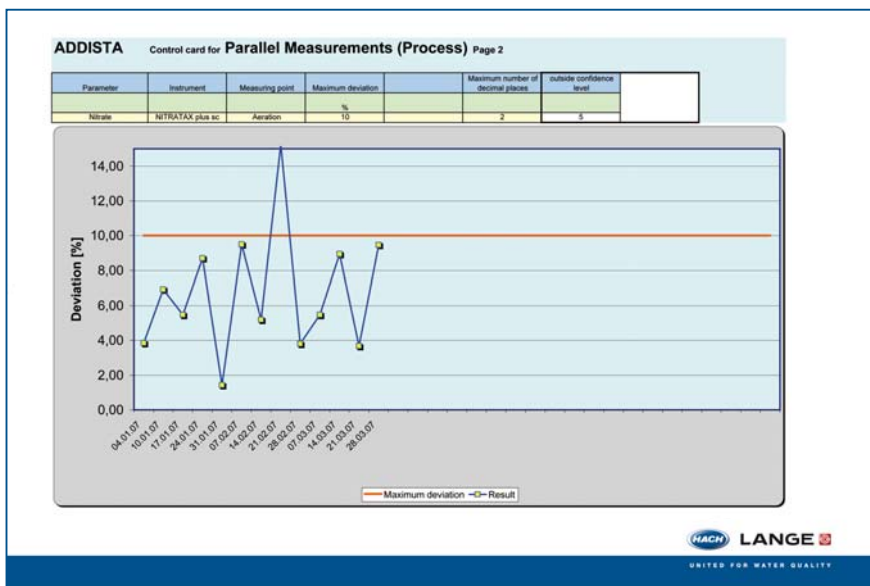


Set de filtros de calibración para controlar la exactitud fotométrica

Documentación correcta de las medidas de ACA



Análisis de Laboratorio: tarjeta de control standard



Tarjeta de control: mediciones paralelas en el laboratorio

contactar con HACH LANGE en el: 902-131441.

Una causa frecuente de error son los volúmenes mal medidos, p. ej. por utilizar una pipeta mal ajustada o no manipular la pipeta correctamente. Mediante el chequeo periódico con el kit de prueba de pipetas LCA 722, estas fuentes de error se pueden detectar y suprimir rápidamente. Esto no requiere el pesaje con las balanzas de laboratorio.

Documentación

El Aseguramiento de la Calidad Analítica comprende el proceso de verificación y documenta que el sistema de medida funciona correctamente y el análisis se realiza sin errores. Comienza con el muestreo utilizando un registro de muestreo y termina con un informe del análisis en el cuaderno diario del laboratorio o el registro de operaciones. La documentación debe ser completa y clara. Debe reconocerse fácilmente quién y cuándo produjo los datos analíticos en cuestión.

Tarjetas de control

Los resultados de las medidas de aseguramiento de la calidad se deben anotar en las tarjetas de control correspondientes (en Alemania, por ejemplo, los blocs de control de calidad de HACH LANGE o la versión Excel en CD-ROM). Como ayuda para la evaluación se proporciona un intervalo de confianza para cada cubeta-test.

¿A qué se debe prestar atención?

- Los resultados de medida deberán estar dentro del intervalo de confianza
- Propósito de mejorar los métodos de trabajo mediante el estrechamiento del intervalo de confianza
- Observar las tendencias

Recomendaciones ACA para frecuencia y objetivos de calidad

MEDIDA	OBJETIVO	USOS	FRECUENCIA	OBJETIVO DE CALIDAD
Determinación múltiple	Aumento de la precisión	Reconocimiento de valores erróneos	1 vez al mes; adicionalmente para análisis importantes, relacionados con las personas y las matrices	Diferencia $\leq 10\%^*$
Medición standard	Control interno del sistema	Corroboración de los métodos de trabajo	Cada 10 muestras, pero por lo menos 1 vez al mes; relacionada con las personas	Cumplimiento del intervalo de confianza
Adición/dilución	Control de verosimilitud	Protección contra mediciones incorrectas relacionadas con la matriz	Para resultados de medida inverosímiles; para cambios de matriz; pero por lo menos cada 3 meses	Desviación $\leq 20\%^*$
Participación en ensayos interlaboratorio	Confirmación externa de la buena calidad de los análisis	Reconocimiento de niveles de difusión; prueba del éxito	1-2 veces al año; relacionado con las personas	Desviación $\leq 20\%^*$
Medición simultánea	Corroboración del método operativo	Prueba de idoneidad de la cubeta-test para la muestra en cuestión	1 vez al año para cada cubeta-test y para los resultados de medida inverosímiles (división periódica de las muestras para el control oficial)	Desviación $\leq 20\%^*$
Documentación	Análítica transparente y prueba documental	Trazabilidad de las actividades del laboratorio	Siempre	

Tabla 1: Objetivo, uso y frecuencia de las diversas medidas ACA.

* Los límites porcentuales son válidos para el intervalo 20% - 80% del rango de medida. Para concentraciones muy bajas puede por lo tanto ser más útil especificar el objetivo cualitativo en mg/l.v

La versión Excel del bloc de control de calidad también simplifica el proceso. Los usuarios introducen sus datos en el ordenador y el programa calcula automáticamente si se ha alcanzado el objetivo deseado (p. ej. si los resultados están, o no, dentro del intervalo de confianza). Los resultados también pueden visualizarse en formato gráfico, en función de la medida en cuestión.

Los valores empíricos son también un componente importante en la evaluación de los resultados. Los cambios en la concentración de los parámetros a analizar dependen de diversos factores, como son la cantidad total de agua, el período de tiempo transcurrido en la planta, el pH, etc. Los valores analíticos y los valores empíricos deben coincidir. Por ejemplo: transparencia del agua = 50 cm y DQO = 38 mg/l O₂ => inverosímil.

Conclusión

La aplicación periódica de las medidas de Aseguramiento de la Calidad Analítica significa que:

- Los resultados de los análisis son trazables
- Puede demostrarse en cualquier momento que el sistema analítico está en orden
- Los errores de manipulación se pueden detectar inmediatamente
- Es posible comparar los resultados de medida
- Los resultados de los análisis serán reconocidos



Disponemos de soluciones multistandard y soluciones standard individuales para muchos parámetros, incluida la turbidez



Documentación continua de la calidad de los análisis

Medios auxiliares para el ACA

ADDISTA CUBETA-TEST

LCA 700	LCK238 LATON LCK304 Amonio LCK311 Cloruro LCK328 Potasio LCK348 Fosfato orto LCK414 DQO
LCA 701	LCK306 Plomo LCK321 Hierro LCK329 Cobre LCK337 Níquel LCK353 Sulfato LCK360 Zinc
LCA 702	LCK301 Aluminio LCK308 Cadmio LCK313 Cromo (VI), total LCK353 Sulfato
LCA 703	LCK049 Ortofosfato LCK114 DQO LCK303 Amonio LCK311 Cloruro LCK339 Nitrato LCK350 Fosfato orto LCK353 Sulfato LCK386 TOC
LCA 704	LCK153 Sulfato LCK305 Amonio LCK311 Cloruro LCK314 DQO LCK340 Nitrato LCK349 Fosfato orto LCK385 TOC

ADDISTA CUBETA-TEST

LCA 705	LCK014 DQO LCK302 Amonio LCK311 Cloruro LCK387 TOC
LCA 706	LCK521 Hierro trazas LCK529 Cobre trazas LCK537 Níquel trazas LCW032 Manganeso
LCA 707	LCK341 Nitrato LCK348 Fosfato orto/total LCK614 DQO
LCA 708	LCK338 LATON LCK350 Fosfato orto/total LCK514 DQO
LCA 709	LCK138 LATON LCK342 Nitrato LCK349 Fosfato orto/total LCK614 DQO
LCA 310*	LCK310 Cloro libre
LCA 333*	LCK333 Tensoactivos no iónicos
LCA 390*	LCK390 AOX
LCA 555*	LCK555 DBO
LCA 753**	ADDISTA de Proceso para Amonio (AMTAX) Nitrato (NITRATAX) Fosfato (PHOSPHAX)
LCA 754**	ADDISTA de Proceso para TOC (TOCTAX)

* Solución standard individual sin soluciones "ciegas" interlaboratorio.

** Sólo solución standard y solución "ciega" interlaboratorio.

Servicios de HACH LANGE



Pedidos, información y asesoramiento:
Tfno.: 902 13 14 41



Apoyo in situ mediante nuestro servicio de asistencia técnica y red comercial.



Seminarios y talleres: formación avanzada e intercambio de experiencias para situaciones analíticas prácticas.



Aseguramiento de la calidad, con soluciones patrón, chequeo de los instrumentos y soluciones de referencia.



Funcionamiento fiable de todos los instrumentos mediante un servicio de carácter flexible y contratos de mantenimiento.



www.hach-lange.es
Actualizada y segura, con información y tienda on-line.

Medios de ensayo

LZP 310	Set de filtros de calibración para chequear la luz difusa y la exactitud fotométrica para CADAS y XION
LZV 537	Set de filtros de calibración para chequear la luz difusa y la exactitud fotométrica para DR2800/5000, y la exactitud de la longitud de onda
LCA 722	Kit de prueba de pipetas para el control de las pipetas de émbolo de HACH LANGE
LZP 181	Kit de prueba para comprobar la precisión fotométrica
LZV 086	Solución de holmio perclorato para comprobar la precisión de las longitudes de onda (mezclada en la cubeta de Aseguramiento de la Calidad)

Reservado el derecho a realizar cambios sin previo aviso.

HACH LANGE S.L.U.
Edif. Arteaga Centrum
C/Larrauri, 1C- 2º Pl.
E-48160 Derio/Vizcaya
Tel. +34 94 657 33 88
Fax +34 94 657 33 97
info@hach-lange.es
www.hach-lange.es

