

**manuales para el control de  
calidad de los alimentos**

**14. la garantía de la  
calidad en el  
laboratorio químico  
de control de  
los alimentos**









# manuales para el control de calidad de los alimentos

# 14. la garantía de la calidad en el laboratorio químico de control de los alimentos

La FAO destaca especialmente la  
FAO, por haber preparado el informe sobre  
Sr. John A. Day, Jefe de la División  
Government Chemist (Químico Oficial) de

Las denominaciones empleadas en esta publicación y la forma en que aparecen presentados los datos que contiene no implican, de parte de la Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, juicio alguno sobre la condición jurídica de países, territorios, ciudades o zonas, o de sus autoridades, ni respecto de la delimitación de sus fronteras o límites.

M-82  
ISBN 92-5-303403-3

Reservados todos los derechos. No se podrá reproducir ninguna parte de esta publicación, ni almacenarla en un sistema de recuperación de datos o transmitirla en cualquier forma o por cualquier procedimiento (electrónico, mecánico, fotocopia, etc.), sin autorización previa del titular de los derechos de autor. Las peticiones para obtener tal autorización, especificando la extensión de lo que se desea reproducir y el propósito que con ello se persigue, deberán enviarse a la Dirección de Información, Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Roma, Italia.

© FAO 1996

## PROLOGO

Las autoridades nacionales tienen la obligación de proteger la salud y el bienestar de sus ciudadanos. Para cumplir con esta obligación, es necesario elaborar y aplicar un programa nacional que garantice la inocuidad y calidad de los productos alimenticios, promueva el comercio de estos productos y proteja los intereses de los productores, elaboradores y vendedores de alimentos honrados y justos contra la competencia fraudulenta o desleal.

El presente Manual es una guía práctica para el establecimiento de un programa de garantía de calidad (GC) en un laboratorio de control de los alimentos. Su finalidad última es ayudar a la administración del laboratorio a establecer un sistema eficaz de funcionamiento que garantice que el laboratorio químico produce resultados analíticos precisos y fiables, sumamente necesarios para basar en ellos medidas reglamentarias. En 1991 se publicó un manual análogo de GC para los laboratorios de microbiología en la serie Estudios FAO: Alimentación y Nutrición, N° 14/12.

Aunque este Manual está destinado sobre todo al personal que se ocupa de la administración y análisis en los laboratorios de química, las autoridades reglamentarias y otras personas interesadas podrán encontrar en él informaciones e ideas útiles acerca de los problemas inherentes a la creación y aplicación de un programa de garantía (o aseguramiento) de la calidad en un laboratorio químico de control de los alimentos.

La FAO desea expresar su reconocimiento al Dr. David McWeeny, Consultor de la FAO, por haber preparado el texto de este Manual. También agradece la colaboración del Sr. John A. Day, Jefe de la División de Servicios Ambientales del Laboratory of the Government Chemist (Reino Unido).

Esta publicación está a disposición de particulares y organizaciones. Las observaciones o sugerencias para posibles ediciones futuras de esta publicación deben remitirse a la siguiente dirección:

Jefe del Servicio de Calidad y Normas Alimentarias  
Dirección de Política Alimentaria y Nutrición  
Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación  
00100 Roma, Italia

## ADVERTENCIA

Los métodos y procedimientos de análisis descritos en este Manual deben ser aplicados por un personal debidamente calificado en un laboratorio equipado adecuadamente. Al igual que otros muchos procedimientos similares, pueden requerir el empleo de sustancias peligrosas.

Para aplicarlos correctamente y sin peligro, es esencial que el personal de laboratorio se atenga a las normas de seguridad habituales.

Aunque en la preparación de esta información se han tomado las máximas precauciones, la FAO advierte expresamente que no asume ninguna responsabilidad por cualquier clase de daños producidos o derivados de la aplicación de estos métodos o procedimientos.

Por lo demás, el hecho de figurar en el presente Manual no confiere a los procedimientos de garantía de la calidad un carácter oficial.

La FAO desearía expresar su agradecimiento a los Doctores G. D. D. D. y M. W. W. D. por su generosa disposición a revisar el texto de estos análisis. También agradecemos al Comisionado del Sr. John A. Day, Jefe de la División de Estándares, Administración del Servicio de Control de Calidad, por su generosa aprobación de la revisión de este Manual.

Esta publicación está a disposición de las autoridades y organizaciones que desean obtener más información para posibles ediciones futuras de este publicación o para su utilización.

# LA GARANTIA DE LA CALIDAD EN EL LABORATORIO QUIMICO DE CONTROL DE LOS ALIMENTOS

## Indice

	Página
Glosario de términos utilizados en la garantía (o aseguramiento) de la calidad	vii
<b>1. OBJETIVOS, CONCEPTOS Y RESPONSABILIDADES</b>	<b>1</b>
1.1 Principios generales	1
1.2 Objetivos del laboratorio	1
1.3 Algunos conceptos relacionados con la calidad y la garantía de la calidad	2
1.4 Necesidad de la garantía de la calidad	3
1.5 Características principales de un programa de garantía de la calidad	5
1.5.1 Responsabilidades de la administración	6
1.5.2 Responsabilidades de la Unidad de Garantía de la Calidad	8
1.5.3 Responsabilidades del analista	9
1.6 Documentación: política y programa de GC	10
1.7 Referencias	11
1.8 Bibliografía recomendada	11
<b>2. EL PROGRAMA DE GARANTIA DE LA CALIDAD</b>	<b>13</b>
2.1 Principios generales	13
2.2 Definición y ámbito de aplicación	13
2.3 Preparación	14
2.4 El Manual de Garantía de la Calidad	15
2.5 Aplicación	17
2.6 Revisión del Manual de Garantía de la Calidad	17
2.7 Documentación necesaria para el programa de GC	18
2.8 Referencias	18
2.9 Bibliografía general	18
<b>3. INSTALACIONES DEL LABORATORIO</b>	<b>19</b>
3.1 Principios generales	19
3.2 Diseño del laboratorio	19
3.2.1 Consideraciones generales	19
3.2.2 El laboratorio químico	20

3.3	Control del medio ambiente	21
3.4	Control de la limpieza	22
3.5	Documentación para el programa de GC	22
3.6	Bibliografía	22
<b>4.</b>	<b>PERSONAL Y ORGANIZACION</b>	<b>23</b>
4.1	Principios generales	23
4.2	Estructura de la administración	23
4.3	Descripción de los puestos	23
4.4	Capacitación del personal	24
	4.4.1 Responsabilidades	24
	4.4.2 Técnicas y procedimientos	25
4.5	Rendimiento del personal	26
4.6	Personal auxiliar	27
4.7	Documentación para el programa de GC	27
<b>5.</b>	<b>MUESTRAS Y MATERIALES DE ENSAYO</b>	<b>29</b>
5.1	Principios generales	29
5.2	Consideraciones generales	29
	5.2.1 Terminología	29
	5.2.2 Toma de muestras y análisis	29
5.3	Recepción de las muestras e identificación de los materiales de ensayo	30
5.4	Materiales de ensayo	31
	5.4.1 Control y almacenamiento	31
	5.4.2 Muestra analítica (porción de ensayo)	33
	5.4.3 Traslado del material de ensayo	33
	5.4.4 Eliminación del material de ensayo	33
5.5	Documentación para el programa de GC	34
5.6	Referencia	34
5.7	Bibliografía general	34
<b>6.</b>	<b>EQUIPO</b>	<b>35</b>
6.1	Principios generales	35
6.2	Clases de equipo	35
6.3	Limitaciones al uso del equipo	35
6.4	Mantenimiento, calibración y reparación	36
6.5	Actividades programadas	37
6.6	Documentación para el programa de GC	38

<b>7. METODOS DE ANALISIS</b>	<b>39</b>
7.1 Principios generales	39
7.2 Elección del método	39
7.2.1 Requisitos de rendimiento	41
7.2.2 Métodos de referencia/oficiales	42
7.2.3 Métodos ordinarios/oficiales	42
7.2.4 Métodos ordinarios/internos	42
7.2.5 Métodos de selección	43
7.2.6 Procedimientos operativos estándar	43
7.2.7 Autorización para modificar los métodos	43
7.3 Validación de los métodos de análisis	44
7.3.1 Validación inicial	44
7.3.2 Validación sobre la marcha	45
7.4 Procedimientos de control de calidad	45
7.4.1 Controles del muestreo	45
7.4.2 Determinaciones replicadas	45
7.4.3 Controles positivos	46
7.4.4 Controles negativos	46
7.4.5 Patrones internos	46
7.4.6 Materiales de referencia certificados	46
7.4.7 Gráficos de control	47
7.5 Procedimientos de garantía de la calidad	48
7.5.1 Rendimiento de los métodos de análisis	48
7.5.2 Trazabilidad de una medición	49
7.5.3 Autorización para utilizar un POE	50
7.6 Documentación para el programa de GC	50
<b>8. PRODUCTOS QUIMICOS, REACTIVOS Y MATERIALES</b>	<b>51</b>
8.1 Principios generales	51
8.2 Especificaciones y pedidos	51
8.3 Duración en almacén y conservación	52
8.4 Materiales peligrosos	52
8.5 Documentación para el programa de GC	52
<b>9. PATRONES</b>	<b>55</b>
9.1 Principios generales	55
9.2 Materiales de referencia certificados	55
9.3 Patrones internos	56
9.4 Sustancias patrón	56

9.5	Materiales peligrosos	57
9.6	Documentación para el programa de GC	57
<b>10.</b>	<b>COMPROBACION EXTERNA DE LA COMPETENCIA</b>	<b>59</b>
10.1	Principios generales	59
10.2	Importancia de la comprobación de la competencia	59
10.3	Características orgánicas de un plan de comprobación de la competencia	60
10.4	Limitaciones de los planes de comprobación de la competencia	61
10.5	Necesidades de recursos para nuevos planes	61
10.6	Documentación para el programa de GC	61
10.7	Referencia	62
<b>11.</b>	<b>REGISTROS E INFORMES DE LABORATORIO</b>	<b>63</b>
11.1	Principios generales	63
11.2	Registros de recolección de muestras	63
11.3	Fichas de trabajo de los analistas	63
11.4	Registros de instrumentos	65
11.5	Informes de laboratorio	65
11.6	Conservación de los registros del laboratorio	67
11.7	Documentación para el programa de GC	67
<b>12.</b>	<b>GARANTIA DE LA CALIDAD, AUDITORIAS Y ACREDITACION</b>	<b>69</b>
12.1	Principios generales	69
12.2	Manual de garantía de la calidad	69
12.3	Auditorías	69
	12.3.1 Auditorías de los trabajos en curso y retrospectivas	70
	12.3.2 Auditorías verticales y horizontales	70
	12.3.3 Informe de auditoría y seguimiento	71
12.4	Examen periódico	71
12.5	Acreditación	71
12.6	Documentación para el programa de GC	72
12.7	Referencia	72
<b>LISTA DE APENDICES</b>		<b>73</b>

## GLOSARIO DE TERMINOS\*

### Conformidad (véase también "Exactitud" y "Valor verdadero")

Grado de coincidencia entre el valor medio obtenido de una amplia serie de resultados de ensayos y un valor de referencia aceptado.

NOTA - La conformidad suele expresarse en función del sesgo.

### Control de calidad

Conjunto de procedimientos que aplica el laboratorio para vigilar constantemente las operaciones y resultados con el fin de decidir si los resultados son lo bastante exactos y precisos para ser comunicados. El control de calidad permite ante todo vigilar intermitentemente la exactitud de los resultados a partir de los materiales utilizados en el control de calidad, y la precisión a partir de un análisis replicado e independiente de los materiales utilizados en el ensayo.

### Exactitud (véase también "conformidad" y "valor verdadero").

Grado de coincidencia entre el resultado de un ensayo y el valor de referencia aceptado.

NOTA - El término "exactitud", aplicado al conjunto de resultados de un ensayo, denota una combinación de componentes aleatorios y un componente común de error sistemático o sesgo.

### Laboratorio de ensayo

Laboratorio en el que se miden, examinan, comprueban, calibran o determinan de algún otro modo las características o el rendimiento de materiales o productos.

### Límite de detección

La concentración menor de analito que puede detectarse con un grado especificado de certeza aplicando un determinado método de análisis.

### Límite de determinación

La concentración menor de analito que puede cuantificarse con un grado especificado de certeza aplicando un determinado método de análisis.

### Material de referencia (véase también "Material de referencia certificado (MRC)")

Material o sustancia con una o más propiedades cuyos valores son lo suficientemente homogéneos y conocidos para que puedan utilizarse en la calibración de un aparato

---

\* Basado en las definiciones vigentes de la ISO.

o la evaluación de un método de medición, o para asignar valores al material de ensayo.

### **Material de referencia certificado (MRC)**

Material de referencia, acompañado de un certificado, con una o más propiedades cuyos valores se certifican mediante un procedimiento que establece su trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la que se expresan los valores de las propiedades, y respecto del cual cada valor certificado está rodeado de incertidumbre en un determinado nivel de confianza.

### **Plan de comprobación de la competencia**

Métodos para comprobar el rendimiento del laboratorio por medio de ensayos entre laboratorios. El plan incluye la comparación a intervalos de los resultados del laboratorio en cuestión con los de otros laboratorios, con el objetivo principal de establecer su conformidad.

### **Precisión**

Grado de coincidencia entre los resultados de ensayos independientes obtenidos en unas condiciones estipuladas.

#### **NOTAS**

1. La precisión depende exclusivamente de la distribución de los errores aleatorios y no está relacionada con el valor de referencia aceptado.
2. La precisión suele expressarse en función de la imprecisión y se computa como una desviación estándar de los resultados del ensayo. Una mayor imprecisión se traduce en una mayor desviación estándar.
3. Por "resultados de ensayos independientes" se entienden los resultados obtenidos de modo que en ellos no influya ningún resultado anterior a partir del mismo material o de un material análogo.

### **Programa de garantía (o aseguramiento) de la calidad/sistema de calidad**

Suma total de las actividades de un laboratorio cuya finalidad es alcanzar el nivel de análisis requerido. Aunque el control de calidad y la comprobación de la competencia son componentes muy importantes de la garantía de la calidad, ésta debe incluir también la capacitación del personal, la estructura y los procedimientos administrativos, la realización de auditorías, etc.

### **Sesgo**

Diferencia entre los resultados previstos de un ensayo y un valor de referencia aceptado.

NOTA - El sesgo es un error sistemático, y no un error aleatorio. Puede haber uno o más componentes del error sistemático que contribuyan al sesgo. Una diferencia sistemática mayor con respecto al valor de referencia aceptado se traduce en un valor mayor del sesgo.

### **Sesgo (Sesgo del laboratorio)**

Diferencia entre los resultados previstos de un ensayo en un determinado laboratorio y un valor de referencia aceptado.

### **Sesgo (Sesgo del método)**

Diferencia entre los resultados previstos de un ensayo en todos los laboratorios que utilizan ese método y un valor de referencia aceptado.

NOTA - Un ejemplo práctico de este sesgo sería el de un método para medir el contenido de azufre de un compuesto que, de modo sistemático, no permitiera extraer todo el azufre, dando así un sesgo negativo al método de medición. El sesgo del método de medición se mide por el desplazamiento del promedio de los resultados obtenidos en un gran número de laboratorios diferentes que utilizan todos ellos el mismo método. El sesgo de un método de medición puede variar cuando varían las concentraciones del analito.

### **Valor asignado**

Valor que ha de utilizar el coordinador del plan de comprobación de la competencia como valor verdadero en el tratamiento estadístico de los resultados. Consiste en la mejor estimación disponible del valor verdadero del analito en la matriz.

### **Valor fijado como objetivo de la desviación estándar**

Valor numérico correspondiente a la desviación estándar del resultado de una medición que se fija como objetivo en lo que respecta a la calidad de dicha medición.

### **Valor verdadero**

Concentración efectiva del analito en la matriz.

El principio básico de un laboratorio en población estadística estable, por lo que ésta es la actividad que debe realizar mayor atención. No es probable que un laboratorio cuyos resultados se basen en la matriz, en el que no se apoye en ningún instrumento gubernamental. La garantía de calidad es una actividad que se basa en el uso de los instrumentos y procedimientos que permiten obtener resultados que constituyen una de los instrumentos fundamentales de calidad. La calidad es un factor que se basa en la potencia, con el fin de alcanzar los objetivos fijados. El resultado de la calidad se puede definir como sigue: producir resultados analíticos de acuerdo con las normas establecidas en un plazo y con un costo aceptable.

Los objetivos de calidad se establecen como objetivos como objetivo. El objetivo de calidad para el laboratorio es establecer, con la medida de lo posible, de que se ha obtenido el resultado deseado. Una buena medida adicional es que el resultado se obtiene por un costo aceptable. Se establece un grado de seguridad



# LA GARANTIA DE LA CALIDAD EN EL LABORATORIO QUIMICO DE CONTROL DE LOS ALIMENTOS

## 1. OBJETIVOS, CONCEPTOS Y RESPONSABILIDADES

### 1.1 Principios generales

*La finalidad del laboratorio de control de los alimentos es proporcionar información sobre la composición de éstos.*

*Para juzgar la calidad de esa información hay que tener en cuenta si alcanza el nivel apropiado, si se facilita oportunamente y si se produce con un costo aceptable.*

*El criterio para determinar si "se alcanza el nivel apropiado" consiste en que los datos sean o no idóneos para el fin al que están destinados.*

*La garantía de la calidad es el sistema que proporciona confianza en que:*

- *se ha alcanzado un nivel suficiente*
- *se detectarán los casos en que no se alcance ese nivel*
- *podrán identificarse y corregirse las causas por las que no se ha alcanzado ese nivel corregidas.*

### 1.2 Objetivos del laboratorio

Los objetivos del laboratorio deben definirse claramente y expresarse con la mayor sencillez posible. La claridad de la definición es de importancia fundamental, porque en ella se basan todas las actividades del laboratorio. El director del laboratorio debe definir los objetivos después de recabar las opiniones que estime oportunas, y según las instrucciones que haya podido recibir de sus superiores. En la definición debe figurar una referencia a la calidad de los resultados, su puntualidad y su rentabilidad. Los objetivos pueden exponerse en una serie de declaraciones distintas. Deben incluirse todos los aspectos esenciales para el funcionamiento del laboratorio, evitando no obstante los pormenores.

El principal objetivo de un laboratorio es producir resultados fiables, por lo que ésta es la actividad que debe recibir mayor atención. No es probable que un laboratorio cuyos resultados no sean suficientemente fiables sea aceptado en ningún mecanismo gubernamental. La garantía de calidad de estos resultados no es una carga adicional ni una actividad suplementaria que pueda tomarse o dejarse, sino que constituye uno de los instrumentos fundamentales de administración para el director y su personal, con miras a alcanzar los objetivos fijados. El objetivo general del laboratorio puede definirse como sigue: producir datos analíticos de exactitud y fiabilidad suficientes en un plazo y con un costo aceptables.

Los objetivos de calidad han de ser tan realistas como cualquier otro objetivo. El objetivo de calidad puede definirse como la seguridad, en la medida de lo posible, de que se ha obtenido la respuesta aproximadamente correcta. Este punto precisa aclaraciones. ¿Qué se entiende por "seguridad en la medida de lo posible"? Se entiende un grado de seguridad

tal que, de demostrarse posteriormente que los resultados estaban equivocados, ello no afecte a la integridad, probidad o competencia técnica del personal del laboratorio.

¿Y qué significa "aproximadamente"? Significa obtener un resultado que sea suficientemente adecuado para la finalidad a la que se destina. Si una muestra resulta gravemente deficiente en un determinado analito, no es probable que las proporciones precisas de la deficiencia sean muy importantes para, digamos, un litigio ante los tribunales o el rechazo de un envío. A medida que las proporciones del analito se aproximan al límite legal, la exactitud del análisis adquiere mayor importancia, hasta que se llega a un punto en que el resultado se acerca más al límite que la precisión del método. Así, tanto la exactitud como la precisión (véase el Glosario de términos) han de ser mayores para las muestras marginales que para aquéllas cuyos resultados distan mucho de cualquier norma o límite. En el caso de sustancias no permitidas, los requisitos de calidad difieren ligeramente, ya que será necesario tener en cuenta el límite de detección y el grado de confianza que se otorga a su presencia o ausencia en ese nivel.

Para producir información de calidad es importante que el laboratorio sepa, al menos en términos generales, para qué se necesita la información. Asimismo puede que el usuario de la información tenga que examinarla detenidamente antes de utilizar los datos analíticos fuera de su contexto original. A lo largo del presente Manual se insistirá una y otra vez en la necesidad de un acuerdo mutuo sobre la "calidad" y sus consecuencias, y de un diálogo sobre este tema entre el laboratorio y sus "clientes". Para mayor comodidad, en el Manual se denominará "cliente" al usuario de los datos del laboratorio, en el entendimiento de que, si bien este término designa normalmente a una persona ajena a la organización del laboratorio, en ocasiones puede referirse a alguien que forma parte de éste, o incluso al propio analista.

### 1.3 Algunos conceptos relacionados con la calidad y la garantía de la calidad

"Calidad" analítica y "garantía de la calidad" parecen conceptos sencillos que no requieren mayores explicaciones, pero de hecho son con frecuencia objeto de interpretaciones erróneas. "Garantía de la calidad" se confunde a menudo con "control de calidad" y se emplea como si ambos conceptos fueran intercambiables, cuando de hecho son muy diferentes aunque estén relacionados. Una definición ampliamente utilizada de **garantía de la seguridad** es la siguiente :

- todas aquellas medidas planificadas y sistemáticas que son necesarias para proporcionar suficiente confianza en que un producto satisfará unos requisitos determinados de calidad (Ref. 1.1). El **control de calidad** es sólo uno de los procedimientos previstos en el marco de este planteamiento sistemático; se puede definir como "las técnicas y actividades prácticas que se utilizan para satisfacer los requisitos relativos a la calidad". La garantía de la calidad tiene por objeto velar por que se alcance el control de calidad fijado como meta. Por ejemplo, el hecho de utilizar una balanza analítica con una precisión de  $\pm 0,1$  a fin de pesar una muestra para una valoración es una cuestión de "control de calidad", mientras que la calibración sistemática de esa misma balanza analítica con pesos normalizados, de conformidad con un programa establecido de antemano, cae dentro del ámbito de la "garantía de la calidad".

Esto plantea a su vez interrogantes acerca del significado del término "calidad". A veces se interpreta erróneamente como "superioridad científica", cuando de hecho en el contexto analítico significa algo mucho más sencillo. Cuando uno se pregunta si la calidad de los datos es satisfactoria, lo que implícitamente se está preguntando es si la calidad de los datos es o no idónea para el fin al que están destinados. La superioridad en cuanto tal está fuera de lugar; supone un derroche de esfuerzos y, muy probablemente, una utilización irresponsable de recursos para tratar de ofrecer algo que excede de lo que el "cliente" pide. Lo importante es que alguien ha de especificar los requisitos de calidad; la utilización del término "calidad" en el presente Manual se basa en el concepto de "idoneidad para el fin al que se destina" (Ref. 1.2).

**El programa de garantía de la calidad** (descrito a veces como **sistema de calidad**) es la suma total de todos los factores que contribuyen a asegurar la capacidad de la organización de facilitar información idónea para el fin al que está destinada. A lo largo del presente Manual se pondrá de manifiesto este orden jerárquico de los componentes del programa de garantía de la calidad, en virtud del cual la garantía de la calidad aporta pruebas que justifican la confianza en el funcionamiento correcto del control de calidad. El Manual hace hincapié en la garantía de la calidad, centrándose en los aspectos que demuestran que lo que debía hacerse se ha hecho efectivamente, y se ha hecho bien.

Como es inevitable, esta garantía de que las medidas relacionadas con el control de calidad se han aplicado debidamente depende en gran medida de su documentación: sin ella las posibilidades de verificar cualquier cosa son escasas. En el presente Manual se examinará también el control de calidad desde el punto de vista de su necesidad para determinar e ilustrar los requisitos pormenorizados de la garantía de la calidad, la documentación en que se basa y el modo en que se especifica en el Manual de Garantía de la Calidad del laboratorio. Este último es el componente documental más importante de la garantía de la calidad en un laboratorio; su contenido se analiza en el Capítulo 2 (Sección 2.4).

#### **1.4 Necesidad de la garantía de la calidad**

Si el laboratorio está equipado para realizar su labor, y el personal está capacitado y suficientemente motivado, utiliza métodos perfectamente documentados y está familiarizado con el instrumental necesario, cabe suponer que los resultados serán correctos. Si no hay motivos para pensar que están equivocados, ¿para qué molestarse y gastar dinero en elaborar, aplicar y fiscalizar un plan de garantía de la calidad? Lamentablemente, hay dos razones imperiosas por las que no se puede adoptar esta actitud. Una de ellas es una cuestión de carácter científico y técnico, mientras que la otra está relacionada con la aplicación de la normativa vigente, el comercio y la protección de los consumidores.

En primer lugar, en el último decenio ha quedado cada vez más claro que la fiabilidad de los análisis de alimentos no es tan grande como se creía. Indicios en este sentido se encuentran en varias fuentes, como por ejemplo los diversos estudios sobre garantía de la calidad realizados por la OMS en relación con laboratorios que facilitan datos para el Sistema Mundial de Vigilancia del Medio Ambiente/Alimentos (SIMUVIMA/Alimentos). La recopilación más amplia de datos es tal vez la correspondiente al Plan de evaluación de los resultados de análisis de alimentos realizados en el Reino Unido (Ref. 1.3). Más de 200 laboratorios participan en este Plan, en el que se evalúan los resultados de laboratorios que trabajan en uno o más de los ocho ámbitos representativos del análisis de alimentos. En

1992, cerca del 20 por ciento de los resultados presentados no entraban en los límites que era razonable esperar. Muchos de los resultados sospechosos provenían de laboratorios pequeños, con poca experiencia y una capacidad de producción de análisis relativamente baja, y puede que en general la proporción de resultados incorrectos fuera muy inferior al 20 por ciento, pero el hecho basta sin duda para rechazar el supuesto de que, si no existen factores extraños, cabe presumir que los resultados son correctos.

En segundo lugar, el rápido incremento de la legislación nacional sobre control de los alimentos y protección de los consumidores, así como los acuerdos sobre comercio internacional basados en el reconocimiento mutuo de los resultados de laboratorio, el cual ha de basarse a su vez en alguna prueba tangible, exigen una confianza demostrable en los datos analíticos.

Un programa de garantía de la calidad (GC) debidamente elaborado y aplicado está en condiciones de ofrecer pruebas tangibles y detalladas de la confianza que cabe tener en los datos de un determinado tipo procedentes de un determinado laboratorio, e incluso puede servir de base para verificar ciertos resultados analíticos. Un laboratorio que realiza análisis necesita un programa de GC porque puede encontrarse con que otro laboratorio, con su propio programa de GC, pone en duda la validez de sus datos. Por otra parte, las principales empresas del sector alimentario tienden cada vez más a tratar sólo con proveedores que utilizan laboratorios con planes de garantía de la calidad, los cuales permiten realizar una evaluación externa de la confianza que cabe tener en sus resultados.

Un programa de garantía de la calidad que funciona debidamente presenta varias ventajas prácticas. En primer lugar ofrece un registro en el que se puede seguir el rastro de la muestra para garantizar su integridad, junto con documentación para verificar que los instrumentos del laboratorio funcionan correctamente y que sus datos se han obtenido con arreglo a unos protocolos escritos y aprobados. Esta documentación es especialmente importante en los laboratorios de control, donde los resultados analíticos deben someterse a la prueba de su examen en los tribunales.

Una segunda ventaja es el ahorro de tiempo y costo del análisis. Aunque en un principio pueda parecer que el programa de GC reduce la productividad del laboratorio, en realidad permite economizar a la larga tiempo y gastos de análisis, puesto que éste tenderá a hacerse correctamente desde la primera vez.

Una tercera ventaja de un programa de GC es su importancia para determinar las necesidades de capacitación de los analistas. Estas necesidades no se limitan a los nuevos empleados, sino que se refieren también a los empleados veteranos cuyo rendimiento sea deficiente o que necesiten actualizar sus conocimientos.

Una cuarta ventaja es la mayor confianza del analista, al saber que sus resultados son fiables. Esta mayor confianza, a su vez, puede dar lugar a una mejora de la moral y el rendimiento.

Otras ventajas de un programa de GC son las siguientes:

- La seguridad de poder localizar errores y reducirlos al mínimo o eliminarlos. Es imposible eliminar todos los errores, pero se puede garantizar que serán muy pocos los errores graves cometidos que no se descubran antes de que los resultados salgan del laboratorio.
- La garantía de la credibilidad forense. Existe una larga y sólida tradición de empleo de ensayos de laboratorio en los tribunales a título de prueba. Los criterios para la búsqueda de pruebas científicamente válidas son igualmente rigurosos, pero ello no significa necesariamente que la prueba haya de ajustarse a las normas forenses o sea comprensible para el tribunal. Por ejemplo, si el ensayo legal está "más allá de toda duda razonable", el tribunal podría tener dificultades en equipararlo con la información estadística sobre las probabilidades.
- La garantía, en caso de investigación o litigio, de que la administración confía en los resultados obtenidos. Esta confianza se deriva de los antecedentes que van acumulándose, y que testimonian el rendimiento del laboratorio en los diversos análisis que se le confían.
- La garantía, en caso de investigación, litigio o error, de que existen registros que permitirán resolver la cuestión. Los registros deben conservarse mucho tiempo; de ordinario se opta por un período de cinco o seis años.
- La realización de un examen de las deficiencias, errores o reclamaciones que permita tomar sistemáticamente medidas correctoras, con las consiguientes mejoras intrínsecas.
- La garantía de que la utilización de los recursos es óptima. Este suele ser un proceso lento, pero a medida que se va acumulando información acerca del rendimiento analítico del laboratorio, resulta más fácil evaluar la eficacia con que se utilizan en éste los recursos. Por ejemplo, hace más fácil garantizar la disponibilidad de reactivos que no han rebasado la fecha de utilización.
- El suministro de resultados con un grado de certeza suficiente para que puedan utilizarse en bases de datos destinadas al control de alimentos, la sanidad pública, la nutrición y otras políticas alimentarias locales, nacionales o internacionales. Estas bases de datos constituyen un valiosísimo recurso para vigilar productos alimenticios en un plazo determinado. Permiten determinar los cambios experimentados por los productos con el tiempo y comparar fácilmente los resultados de los análisis. Si la información que contienen las bases de datos no es fiable, será muy fácil extraer conclusiones falsas.

## 1.5 Características principales de un programa de garantía de la calidad

La finalidad de un programa de GC es proporcionar confianza en los resultados del laboratorio. La característica más importante de este programa será el carácter notorio y real del empeño puesto por la administración y demostrado por el personal de todas las categorías

en alcanzar dicha finalidad. En definitiva, tal empeño se manifestará principalmente de dos modos. En primer lugar, se traducirá en una documentación de principios y procedimientos en la que se especifique qué se ha de hacer, quién lo ha de hacer y cómo ha de hacerlo, y que incluya mecanismos para garantizar que cualquier omisión al respecto quedará prontamente de manifiesto. Gran parte de esta documentación se recogerá en el Manual de Garantía de la Calidad del laboratorio (que se analiza en la Sección 2.4 del Capítulo 2) y los documentos auxiliares. En segundo lugar, requerirá el nombramiento de un director de calidad y la organización de una Unidad de Garantía de la Calidad encargada de coordinar la preparación, aplicación y mantenimiento del Manual de Garantía de la Calidad y de realizar exámenes y auditorías para vigilar su eficacia; su mandato deberá incluir una declaración inequívoca acerca de sus responsabilidades con respecto a los analistas y la administración.

### 1.5.1 Responsabilidades de la administración

Para empezar, la administración debe decidir el nivel de calidad que pretende asegurar el programa de GC, previa deliberación con los clientes y teniendo en cuenta otros impedimentos que puedan existir. Garantizar permanentemente la calidad de los resultados que salen del laboratorio forma parte de las funciones de la administración. Esta tarea debe desempeñarse en la medida en que sea necesaria, ni más ni menos, y estar plenamente integrada en las obligaciones diarias de la administración a todos los niveles. Es importante tener presente que la GC consiste no sólo en obtener la respuesta correcta, sino también en tener pruebas documentales que demuestren que la respuesta obtenida es la correcta. Puede que la introducción de procedimientos escritos de GC en el laboratorio exija modificaciones considerables en las actitudes y prácticas de trabajo. Cuando se introduce correctamente, el programa de GC surte efectos positivos en la moral del personal, que adquiere confianza en los resultados que ha obtenido y experimenta la satisfacción de poder demostrar la veracidad de los mismos. La garantía de la calidad centra la atención en los aspectos pertinentes de las actividades diarias y las necesidades de capacitación, y ayuda al personal a mejorar sus conocimientos y promover su carrera.

Corresponde a la administración decidir el alcance y la prioridad del programa de GC para un determinado laboratorio, basando su decisión en una estimación de los costos y beneficios que tenga en cuenta parámetros que no son fáciles de cuantificar (por ejemplo, confianza de los clientes, credibilidad y reputación del laboratorio). Por desgracia, no siempre se presta suficiente atención al componente de las operaciones de un laboratorio relacionado con la garantía de la calidad o se equilibra debidamente. Por ejemplo, puede ocurrir que sea tan detallado que abarque prácticamente todas las funciones analíticas. Este tipo de programa, aunque parezca atrayente y ventajoso, puede ser abrumador y frustrante para el personal del laboratorio. Es posible pues que lo que empezó siendo una empresa admirable acabe en el desaliento y en la ausencia de todo programa significativo de garantía de la calidad. En el extremo opuesto se sitúa el programa tan resumido que en realidad está casi totalmente desprovisto de significado. Cuando se haya seleccionado un programa en particular, la administración deberá apoyar plenamente su concepción, aplicación y mantenimiento. Si el personal tiene la impresión de que la administración no apoya el programa, no es de esperar que muestre una entrega a fondo.

Una vez el programa de GC se haya incorporado al funcionamiento diario del laboratorio, la administración deberá dedicarle recursos y crear una Unidad de Garantía de la Calidad que vigile su aplicación. La administración debe proyectar una imagen positiva

del programa de GC. El programa no ha de verse como algo amenazador, conflictivo o que acarrea más trabajo, sino que debe proyectarse como un instrumento destinado a mejorar la labor de los empleados y como un mecanismo para documentar y premiar los rendimientos sobresalientes.

Muchos analistas empezaron su vida laboral en laboratorios en los que no se practicaba la garantía de la calidad tal como la conocemos hoy. Existen aún laboratorios que trabajan de esta manera, aunque son cada vez menos. Así pues, en un momento determinado estos analistas tienen que cambiar su estilo de trabajo y adoptar una actitud positiva hacia la garantía de calidad. Para ello han de superar muchos obstáculos.

El analista puede pensar que toda su labor anterior está en entredicho por no haberse realizado con arreglo al nuevo sistema. Además, la garantía de la calidad requiere al principio mucho tiempo y el analista estará probablemente seguro de que su jornada de trabajo está ya completa y que todo lo que hace es esencial. Por consiguiente puede que le parezca que el nuevo método de trabajo es innecesario, a la vez que imposible de aplicar. La administración puede fácilmente agravar estos sentimientos negativos, por falta de tacto en el trato con el personal, empeño insuficiente o incomprensión.

Es posible que haya que promover el concepto de garantía de la calidad tanto dentro como fuera del laboratorio. En primer lugar, puede que haya que promoverlo entre quienes intervienen en las decisiones relativas a la financiación del laboratorio. Puede resultar difícil persuadir a los políticos y a los legisladores, cuyos conocimientos técnicos quizás sean escasos, de la necesidad de un gasto aparentemente adicional. Siempre se podrá oponer el argumento de que el laboratorio parece haber funcionado satisfactoriamente durante mucho tiempo con el antiguo sistema y que no hay motivo para meterse en nuevos gastos. En ese caso debe explicarse que las circunstancias han cambiado. Quienes adoptan las decisiones han de hacer frente a cambios en su propia concepción del uso de la garantía de la calidad. En su propio trabajo, la automatización e informatización crecientes están restando importancia a las habilidades manipulativas requeridas para aplicar métodos a menudo lentos y aburridos y aumentando en cambio la importancia de las dotes de administración y gestión que hace faltar para garantizar la calidad de grandes cantidades de datos. Puede que sea necesario demostrarles que se ha producido también un cambio en las condiciones internas del laboratorio, en el que se ha pasado de la muestra expresamente preparada a los programas de muestreo, de una o unas pocas muestras a remesas óptimas de un mismo tipo de productos, del profesionalismo y (en ocasiones) el virtuosismo del analista a criterios administrativos basados en la de calidad garantizada. En ambas situaciones, estas mejoras resultan beneficiosas en lo que respecta a la rentabilidad y el uso óptimo de los recursos, pero no pueden funcionar sin un componente de garantía de la calidad.

La administración debe determinar la naturaleza y el tamaño de la Unidad de Garantía de la Calidad que constituirá el núcleo del programa de GC. En los grandes laboratorios multidisciplinarios, esta Dependencia puede estar integrada por dos o más personas cuya única tarea consista en vigilar la eficacia del programa de GC. En los laboratorios más pequeños, en cambio, puede que un analista deba dedicar parte de su jornada laboral a asegurar el cumplimiento en todo el laboratorio de un programa aprobado de GC.

La administración ha de determinar también la frecuencia de las auditorías oficiales para velar por el cumplimiento del programa aprobado de GC. Algunos administradores podrán disponer que se efectúen inspecciones trimestrales, o incluso mensuales, mientras que

otros preferirán breves inspecciones trimestrales, y una inspección anual de gran envergadura. Independientemente de la frecuencia de las inspecciones, la administración debe examinar los resultados de la Unidad de Garantía de la Calidad y adoptar medidas a tenor de sus recomendaciones. La administración puede premiar a los empleados que hayan destacado en el cumplimiento del programa de GC. Por ejemplo, un procedimiento cada vez más utilizado para recompensar el rendimiento de los empleados es el de la "prima por méritos". Uno de los criterios para la concesión de esta prima podría ser la garantía de la calidad, lo que permitiría a la administración motivar a los empleados para que aplicasen estrictamente el programa aprobado de GC. En los casos de incumplimiento del programa, la administración quizás tenga que recurrir a medidas disciplinarias.

Además de atender a las recomendaciones de la Unidad de Garantía de la Calidad, la administración deberá examinar periódicamente la política de garantía de la calidad y el propio programa. Aunque tanto la política como las disposiciones correspondientes han de observarse escrupulosamente, hay que dejar un margen suficiente para las discrepancias razonables que pueden producirse cuando las disposiciones del programa original de GC son demasiado específicas o no lo son suficientemente. Si las discrepancias resultan demasiado específicas, es posible que deban modificarse los detalles del programa para incorporarlas. La administración examinará periódicamente la política y el programa de garantía de la calidad para introducir las modificaciones oportunas.

En resumen, la garantía de la calidad no pasará a formar parte integrante de las actividades de una organización sin el empeño y el esfuerzo necesarios de la administración. El trabajo inicial es considerable: redactar un Manual de Garantía de la Calidad, elaborar datos sobre el control de calidad y organizar el programa de garantía de la calidad. El apoyo de la administración en esta fase es esencial, y puede manifestarse en forma de aliento, asesoramiento y consignación de los recursos adecuados. La garantía de la calidad se desacredita cuando el administrador se muestra dispuesto a recurrir a métodos superados para alcanzar un objetivo a corto plazo, como hacer muy de prisa el informe sobre una muestra por motivos de apremio. Esta suele ser la ocasión en que se cometan errores. Asimismo, la administración puede expresar de manera muy eficaz su adhesión al programa insistiendo en un estricto cumplimiento del calendario de auditorías y exámenes e interesándose vivamente en su verificación ulterior. Las auditorías, y las medidas adoptadas en consecuencia, representan el mecanismo de cambio incorporado al programa de GC y pueden determinar por tanto la eficacia del programa.

### 1.5.2 Responsabilidades de la Unidad de Garantía de la Calidad

El primer paso hacia la constitución de una Unidad de Garantía de la Calidad será, en general, obtener o bien la aprobación de una partida presupuestaria para el nombramiento de una persona encargada de la garantía de la calidad (o de un "Director de GC") y el personal que pueda necesitar, o bien el acuerdo para dedicar personal ya contratado y otros recursos a esa actividad. Lo ideal sería que el Director de GC poseyera una formación académica en el ámbito de la garantía de la calidad, aunque esto no siempre es posible. Lo más probable es que el analista que reciba este encargo deba adquirir por su cuenta la formación, asistiendo a cursos, etc. Esta persona deberá ser un analista competente con cierta antigüedad, y granjearse el respeto de sus colegas por su capacidad analítica. Sobre todo, el Director de GC ha de esforzarse por comprender los principios de la GC y aplicarlos correctamente, de modo realista y teniendo presentes los objetivos del laboratorio. El programa de GC está al servicio del laboratorio: no debe permitirse que la situación se invierta.

El Director de GC necesita auditores, que por lo general se designarán entre los analistas. En un laboratorio pequeño basta un equipo de dos personas que inspeccione todas las secciones, incluida la administración, excepto la suya propia. En un laboratorio mayor, es posible que el Director de GC necesite una plantilla propia, pero la Unidad de GC no suele ser muy grande. La proporción adecuada será probablemente de una persona que se ocupe de este cometido por cada grupo de 10 a 20 analistas. Cuanto mayor sea la variedad de los análisis efectuados, y menor el nivel general de experiencia, más necesaria será la garantía de la calidad.

Corresponde a la Unidad de Garantía de la Calidad redactar el plan de garantía de la calidad ("Manual de Garantía de la Calidad") y vigilar el cumplimiento del programa por parte del personal del laboratorio. La Unidad sirve de enlace entre la administración, que ha consignado recursos para asegurar el éxito del programa, y el personal del laboratorio, que es directamente responsable de la ejecución efectiva del programa. La Unidad, además, recabarán asesoramiento técnico del personal, y en particular de los científicos que trabajan en el laboratorio y del jefe de equipo o sección, para redactar el plan de garantía de la calidad.

Además de programar y llevar a cabo exámenes, el personal de GC formulará recomendaciones a la administración respecto de los resultados de esos exámenes; asimismo recomendará políticas de garantía de la calidad a la administración y ayudará a prepararlas, determinará las necesidades de capacitación del personal y ofrecerá directrices sobre todos los aspectos del programa de GC.

Uno de los medios que utiliza la administración para expresar su apoyo al programa de GC es prestar gran atención a los exámenes y tomar con presteza medidas para aplicar las recomendaciones. A tal fin, el Director de GC y, cuando proceda, los miembros de su Unidad deberán tener acceso directo al Director del laboratorio o al alto funcionario en quien éste delegue.

Deberían celebrarse una o dos reuniones de examen al año. En esa ocasión, la administración, en consulta con el Director de GC y los analistas principales, podrá decidir los eventuales cambios en las políticas o el programa. La necesidad de los cambios se pondrá de manifiesto como resultado de las inspecciones de la calidad.

#### 1.5.3 Responsabilidades del analista

El analista desempeña una función esencial en la aplicación del programa de GC. El científico capacitado en los análisis de laboratorio es responsable de la calidad de los datos y otras actividades conexas del laboratorio, y es el primero que puede detectar defectos de funcionamiento o fluctuaciones anormales del sistema analítico.

Tanto la administración como la Unidad de Garantía de la Calidad necesitan la colaboración y el asesoramiento técnicos del personal de análisis en la formulación del programa de GC. Puede pedirse incluso a algunos analistas que redacten parte del plan de garantía de la calidad, con sujeción al examen y aprobación posteriores de la Unidad de Garantía de la Calidad y de la administración. La participación en la formulación del plan de garantía de la calidad puede constituir un factor de motivación para el personal, que tendrá así la sensación de que contribuye creativamente al programa de GC.

El personal del laboratorio es responsable del cumplimiento de las disposiciones del plan aprobado. El éxito o el fracaso del plan dependen en definitiva del rendimiento del analista. El científico de laboratorio, que constituye en la práctica el primer nivel de la "administración" de cualquier programa de GC, es responsable de que el trabajo se haga bien, de documentarlo y de someterlo a examen para asegurarse de que su nivel es aceptable. Puede ser conveniente asignar al jefe de sección responsabilidades específicas con respecto a la elaboración y aplicación del programa de GC en ciertas esferas especializadas. Esto permite que la "cultura" de GC se afiance en un punto crítico de la cadena de gestión.

Cada uno de los tres grupos (personal de análisis, Unidad de Garantía de la Calidad y administración) ha de realizar la correspondiente contribución al éxito del programa de GC. El personal de análisis aporta la competencia técnica necesaria para preparar el plan de garantía de la calidad y es responsable de su cumplimiento cotidiano. La Unidad de Garantía de la Calidad vigila la observancia del plan por parte del personal y, sobre la base de sus exámenes, formula recomendaciones a la administración. Esta, a su vez, examina los informes de la Unidad y toma medidas atendiendo a sus recomendaciones.

## 1.6 Documentación: política y programa de GC

*El programa de GC y su documentación serán indicativos de la política de "calidad" del laboratorio. La administración deberá adoptar un criterio con respecto a la relación costo-beneficio apropiada para su laboratorio y elaborar un programa de GC de conformidad con ese criterio. El programa de GC ha de estar al servicio de los objetivos del laboratorio, y no imponerlos. En consecuencia, la política en materia de documentación de los procedimientos consistirá en que haya instrucciones claras sobre cuándo habrá de tomarse una medida y quién deberá tomarla, pero será preciso valorar con cuidado el grado de detalle sobre qué habrá de hacerse exactamente y cómo habrá de hacerse; debe proporcionarse el nivel de confianza convenido en la calidad de los resultados sin exigir un volumen de papeleo contraproducente. El procedimiento para demostrar que se han tomado las medidas de GC apropiadas ha de estar concebido de manera que provoque una acción automática sólo en caso de que sea necesaria una intervención específica. Esto servirá para que los jefes de sección y los administradores se habitúen a que, cuando un documento de GC llega a sus manos, su obligación es adoptar una medida concreta, y no limitarse a "tomar nota".*

*Cada uno de los capítulos del presente Manual concluye con algunas sugerencias sobre temas cuya incorporación a la documentación del programa de GC debería estudiarse; en los apéndices correspondientes se ofrecen ejemplos de la documentación pertinente. En este Capítulo se ha establecido la necesidad de que la documentación incluya los elementos siguientes:*

*Declaración de objetivos del laboratorio (véase el Apéndice 1.1)*

*Mandato del Director de garantía de la calidad*

## 1.7 Referencias

- 1.1 Organización Internacional de Normalización, Normas 9000 a 9004.
- 1.2 Juran, J., Planning for Quality, 1988. Collier Macmillan Ltd., Purnell Distribution Centre, Bristol, U.K. ISBN 0029166810.
- 1.3 FAPAS Secretariat, MAFF Food Science Laboratory, Norwich Research Park, Colney, NORWICH NR4 7UQ, England, UK.

## 1.8 Bibliografía recomendada

1. Garfield, F.M., 1991. Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories: AOAC International, Arlington, Virginia 22209, USA. ISBN 0-935584-46-3.
2. Estudio FAO: Alimentación y Nutrición 14/12: Manuales para el control de calidad de los alimentos, 12. La garantía de la calidad en el laboratorio microbiológico de control de los alimentos (1991), Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, Roma, Italia. ISBN 92-5-103053-7.
3. ISO Guide 25 (1990). General Requirements for the Competence of Calibration and Testing Laboratories.
4. Weatherwax, J., y Martin, P.G., 1986. Manuales de control de calidad de los alimentos, 1. El laboratorio de control de los alimentos. Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, Roma, Italia.
5. Quality Assurance Principles for Chemical Food Laboratories (1990). Nordic Committee on Food Analysis c/o Technical Research Centre of Finland, Food Research Laboratory PB 203, SF-02151 ESP00, Finland.
6. NAMAS Accreditation Standard: General Criteria of Competence for Calibration and Testing Laboratories M 10: 1989, NAMAS Executive, National Physical Laboratory, Teddington, Middlesex TW11 0LW, England, U.K.



## 2. EL PROGRAMA DE GARANTIA DE LA CALIDAD

### 2.1 Principios generales

*El programa de GC deberá abarcar todos los aspectos de las actividades del laboratorio que pueden influir en la calidad de su producción.*

*No existe ningún programa "universal" de GC, adecuado para todos los laboratorios de control de los alimentos. La importancia concedida a cada uno de los aspectos de la GC será indicativa del trabajo y los objetivos del laboratorio.*

*Si se pretende que el personal aplique un programa de GC, es necesario que participe en su elaboración.*

### 2.2 Definición y ámbito de aplicación

El programa de garantía de la calidad -también denominado en ocasiones "sistema de calidad"- puede definirse como un mecanismo destinado a garantizar que los datos producidos por un laboratorio sean de la máxima calidad. Como se explicó anteriormente, la "máxima calidad" no tiene por qué estar relacionada con la superioridad analítica y la complejidad técnica, con un equipo que incorpore los últimos adelantos o con una exactitud, precisión o límites de detección extraordinarios; significa tan sólo que los datos son plenamente fiables e idóneos para el fin al que están destinados, que se presentan oportunamente y que tienen un costo aceptable. La garantía de haber conseguido esa calidad se basa en la confianza en que todas las operaciones del laboratorio se llevan a cabo del modo previsto, y que, si hace falta, existe la documentación necesaria para llevar a cabo una nueva evaluación.

El ámbito de aplicación del sistema de garantía de la calidad ha de determinarse de modo que, cuando se notifiquen nuevos datos, pueda confiarse en que :

- no se han puesto en peligro la identidad e integridad de la muestra;
- el análisis ha sido realizado por un miembro del personal capacitado para realizar esta tarea;
- el equipo y los métodos utilizados son adecuados y funcionan correctamente;
- el laboratorio puede demostrar su capacidad para producir datos válidos de ese tipo.

La fórmula adoptada para cumplir estos requisitos básicos puede y debe variar de un laboratorio a otro. Cada laboratorio (o grupo de laboratorios) cumple requisitos diferentes, está sometido a condiciones de organización diferentes, se enfrenta a limitaciones diferentes y ha de tener un programa de GC que tenga en cuenta estos factores. No existe un programa de GC universalmente adecuado, pero en la práctica muchos programas tienen ciertos elementos fundamentales en común, como por ejemplo:

- la aplicación de métodos validados;
- el uso de procedimientos operativos estándar (POE) en el laboratorio;
- la calibración y trazabilidad de las mediciones (incluido el uso de materiales de referencia certificados, cuando pueden conseguirse);
- la evaluación externa del rendimiento.

Cuando existen servicios de acreditación de laboratorios que realizan determinados tipos de trabajo, es frecuente que los requisitos relativos a los aspectos que entran en el ámbito del proceso de acreditación vayan acompañados de requisitos relativos a cuestiones que pueden incluir la organización y administración, los locales y entorno del laboratorio, el mantenimiento del equipo, la manipulación de los materiales de ensayo, los métodos de ensayo y los procedimientos de control de calidad (así como las características de rendimiento de los métodos), la capacitación y rendimiento del personal, la seguridad, los registros e informes, la subcontratación de actividades, los servicios auxiliares externos, la respuesta a las reclamaciones, la auditoría de la calidad y el examen del sistema. Estas cuestiones se examinan más adelante; debería estudiarse la posibilidad de incluirlas en el Manual de Garantía de la Calidad (Sección 2.4) aun cuando la acreditación no forme parte del plan inmediato.

## 2.3 Preparación

El programa de CG abarca pues un ámbito mucho más amplio que el proceso de análisis, por importante que éste sea. Comprende todo lo que sucede en el laboratorio que puede influir en la "calidad" de los datos, juzgada con arreglo a los criterios especificados en el Capítulo 1. El corolario de esto es que la garantía de la calidad afecta a todos los que trabajan en el laboratorio; si desempeñan un papel en el funcionamiento del laboratorio, el programa de garantía de la calidad se refiere también a lo que hacen, y a si lo hacen correctamente. Todo miembro del personal debe

- tener claro lo que se espera que haga;
- saber cómo hacerlo, y
- poder demostrar que lo ha hecho correctamente.

La documentación es pues uno de los aspectos principales de un programa de GC: cada miembro del personal que ha realizado un determinado trabajo debe poder demostrar que había recibido la capacitación necesaria, que el equipo y los materiales que ha utilizado estaban en buen estado, que el método aplicado era apropiado para el fin al que estaba destinado y ha producido resultados fiables y que se han seguido unos procedimientos operativos estándar. Producir la documentación inicial puede exigir esfuerzos -y sobre todo recursos técnicos-, pero es importante que todos los miembros del personal participen de algún modo en la preparación de la documentación que afecta a su propio trabajo. Es esencial que en cualquier programa de GC esta documentación se utilice íntegramente y de modo apropiado; un factor importante para que la introducción de esa documentación no plantea problemas y que más adelante se emplee de buen grado es que en su preparación participen

todos los miembros del personal y se recojan sus sugerencias sobre cómo ha de hacerse de modo que se reduzca al mínimo el trabajo adicional para ellos.

Estas consideraciones son válidas, al menos en términos generales, ya se trate del análisis de muestras, de la compra de suministros o del mantenimiento de las instalaciones del laboratorio. El programa de GC afecta a todo el personal, y por consiguiente, para que tenga éxito cada uno de sus miembros ha de sentirse partícipe en el diseño del programa, ha de comprender por qué se ha introducido y ha de empeñarse en llevarlo a buen término.

Un programa eficaz de GC será aquel que se exprese con sencillez. Su redacción ha de ser clara, concisa y simple, evitando las exposiciones aburridas o demasiado largas y la proliferación de detalles innecesarios o anodinos. Un programa complejo suscitará probablemente la hostilidad de los analistas, con la consiguiente pérdida de interés.

Un programa eficaz de GC ha de ser práctico desde el punto de vista del tiempo y los costos del análisis. Si hace falta dedicar una proporción excesiva de la jornada laboral de los analistas para llevarlo a cabo, el programa no está suficientemente equilibrado. Un programa eficaz debe redundar en un ahorro de tiempo y costos, ya que pocas veces hará falta repetir los análisis.

Garfield (Ref. 2) propone una formulación algo más sencilla de un programa de GC, que debe contener tres componentes esenciales:

- a. Prevención, concepto que implica un programa metódico de planificación y adopción de medidas positivas antes de los análisis o en el curso de éstos, para asegurarse de que todos los sistemas analíticos funcionan adecuadamente (por ejemplo, calibración y mantenimiento de los instrumentos, utilización de materiales de referencia y capacitación).
- b. Evaluación, forma de control que incluye comprobaciones periódicas de la competencia de los analistas (por ejemplo, análisis de muestras control y validación de la metodología).
- c. Corrección, medida adoptada para determinar las causas de los defectos de calidad y restablecer el funcionamiento adecuado de las operaciones analíticas (por ejemplo, reparación de máquinas averiadas, revaluación de metodologías y reorientación profesional).

La forma final que adopte el programa de garantía de la calidad responderá a una decisión a la vez científica y administrativa. Las operaciones cotidianas de análisis del laboratorio de control de los alimentos determinarán los elementos necesarios en el programa. A continuación, la administración deberá establecer el orden de prioridad de esos elementos y determinar la medida en que se asignarán recursos al programa.

## 2.4 El Manual de Garantía de la Calidad

Todo laboratorio que aplique un programa de GC deberá disponer de un manual que documente sus operaciones. El Environmental Protection Agency (Organismo de Protección Ambiental) de los Estados Unidos (Ref. 2.2) define el Manual de Garantía de la Calidad en

los términos siguientes: *un documento escrito en el que se describen las políticas, organización, objetivos, actividades funcionales y actividades concretas de garantía de la calidad destinados a alcanzar los objetivos de calidad a que aspira el laboratorio*. Un manual típico podría constar de los elementos siguientes:

- a. Portada, con las firmas de todos los oficiales certificadores y la fecha de publicación (Apéndice 2.2).
- b. Índice.
- c. Organigrama y lugar exacto que corresponde en él al laboratorio.
- d. Objetivos del programa de garantía de la calidad.
- e. Elementos esenciales del programa de garantía de la calidad (véanse Sección 2.7 y Apéndice 2.1).
- f. Formularios de documentación.
- g. Resultados y frecuencia de las auditorías.
- h. Medidas correctivas y complementarias.

El Manual de Garantía de la Calidad debe contener una declaración sobre la política de garantía de la calidad, en términos generales y específicos. Por ejemplo, el Manual de garantía de la calidad de la Oficina de Alimentos de la Food and Drug Administration de los Estados Unidos contiene una declaración normativa de carácter general: *"El Programa de Garantía de la Calidad de la Oficina de Alimentos tiene por finalidad mantener el máximo nivel de calidad e integridad de los datos de la Oficina. Las políticas, procedimientos e instrucciones del Manual establecen un programa de garantía de la calidad uniformemente aplicable a todos los servicios de laboratorio de la Oficina. El presente Manual abarca los estudios no clínicos de laboratorio, otros estudios de laboratorio y las muestras reglamentarias. Todo el personal de laboratorio que participe en la supervisión o realización de los trabajos de laboratorio deberá atenerse obligatoriamente a las instrucciones del manual"*.

Además de esta declaración normativa de carácter general, el manual puede contener declaraciones normativas específicas, como por ejemplo la definición de las responsabilidades de los diversos niveles orgánicos en la aplicación del programa, una lista de laboratorios (independientemente de su emplazamiento) a los que se aplica el programa de GC, referencias a procedimientos detallados de organización y metodología de laboratorio (que se pueden incorporar en manuales "auxiliares", cada uno de los cuales abarca las actividades específicas de una determinada sección del laboratorio), titularidad de los derechos de propiedad de los datos del laboratorio y cualquier excepción a las declaraciones normativas.

En el Apéndice 2.1 figura un ejemplo de algunos de los elementos que podrían incluirse en un Manual de Garantía de la Calidad.

## 2.5 Aplicación

La aplicación efectiva de un programa de GC es un esfuerzo cooperativo en el que participan la administración, los miembros de la Unidad de GC, los jefes de sección y los analistas. La administración decide la proporción de recursos que deben asignarse al programa de GC. Esta decisión determina la naturaleza y el tamaño de la Unidad de GC. Esta Unidad recibe la aportación técnica de los analistas para preparar el programa de GC. Una vez formulado por la Unidad de GC y aprobado por la administración, el programa está listo para ser introducido. Esto puede hacerse de modo simultáneo en todo el laboratorio o de manera gradual, tal vez empezando por ciertas funciones fundamentales (como por ejemplo la recepción de las muestras) y avanzando por secciones. Una ventaja de este último sistema es que antes de la introducción se puede impartir al personal interesado, en grupos relativamente pequeños, una capacitación específica en el trabajo que han de realizar; también asegura que los recursos de la Unidad de GC pueden utilizarse fácilmente para resolver cualesquiera problemas prácticos que surjan. Ambas consideraciones pueden ser importantes para garantizar y mantener la adhesión del personal al programa. Asimismo, al planificar la introducción gradual del programa hay que evitar cuidadosamente situaciones en las que procedimientos introducidos en etapas iniciales hayan de modificarse cuando se ejecutan etapas posteriores.

A partir de ese momento, los analistas se encargan de la aplicación cotidiana del programa. La Unidad de GC verifica periódicamente su observancia y presenta un informe, con las correspondientes recomendaciones, a la administración, la cual decide en consecuencia las medidas que han de adoptarse para facilitar el cumplimiento del programa.

## 2.6 Revisión del Manual de Garantía de la Calidad

El Manual de Garantía de la Calidad debe diseñarse de modo que puedan introducirse cambios fácilmente. Es esencial que, a medida que evoluciona el modelo de organización, varía el volumen de trabajo y se elabora la metodología, el Manual de Garantía de la Calidad pueda reaccionar rápidamente a estos cambios en las actividades del laboratorio. Por consiguiente, el Manual debe incorporar procedimientos para su revisión en breve tiempo y de manera metódica y eficaz. Normalmente, el Director de GC se encarga de comunicar las revisiones a las personas que tienen en su poder el Manual de Garantía de la Calidad. Con el fin de garantizar su actualización, podrán distribuirse copias numeradas del Manual a cada una de las personas autorizadas para tenerlo en su poder, procediéndose del mismo modo para distribuir cada revisión (Apéndice 2.3). Para facilitar la verificación de las enmiendas, las revisiones podrán numerarse en orden sucesivo, con la fecha de publicación correspondiente; la persona que tenga en su poder el Manual podrá comprobar por el número que no ha omitido ninguna revisión, insertar las nuevas páginas, retirar las antiguas y devolvérselas al Director de GC, quien comprobará de ese modo que todos los responsables han llevado a cabo la revisión.

## 2.7 Documentación necesaria para el programa de GC

Elementos del laboratorio cuya inclusión ha de preverse en el Manual de GC	Apéndice 2.1
Portada e índice del Manual de GC	Apéndice 2.2
Página revisada de un Manual de GC	Apéndice 2.3
Declaración sobre política de garantía de la calidad	Sección 2.4

## 2.8 Referencias

- 2.1 Garfield, F.M. (1991), Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories, AOAC International, Arlington, Virginia 22209, USA.
- 2.2 Guidelines and Specifications for Preparing Quality Assurance Project Plans (1980), US Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, USA.
- 2.3 Bureau of Foods Laboratory Quality Assurance Manual (1982): US Food and Drug Administration, Washington DC.

## 2.9 Bibliografía general

1. The Quality Manual: Guidance for Preparation, M16 (1989), NAMAS Executive, National Physical Laboratory, Teddington, Middlesex, TW11 0LW, England, UK.

### 3. INSTALACIONES DEL LABORATORIO

#### 3.1 Principios generales

*Las instalaciones deben permitir que las actividades del laboratorio se desarrollen de modo eficaz y seguro.*

*El diseño del laboratorio deberá obedecer a las características generales del programa de trabajo previsto durante un largo período de tiempo (de 10 a 20 años) y no a las modalidades específicas del trabajo actual.*

#### 3.2 Diseño del laboratorio

Aunque el diseño final del laboratorio sea obra de arquitectos e ingenieros, el personal de análisis debe participar en algunas de las decisiones que afectarán en definitiva a su entorno de trabajo y a las condiciones en que éste se desarrolla. En este capítulo se exponen varios aspectos que deberán tener en cuenta los analistas, si se les pide que colaboren en el diseño de su laboratorio.

Weatherwax y Martin (Ref. 3.1) han hecho un examen completo y detallado del establecimiento de un laboratorio de control de los alimentos. El laboratorio de control de los alimentos puede desempeñar diversas funciones: análisis de los alimentos para determinar componentes, oligometales, aditivos, nutrientes y sustancias tóxicas, y microbiología básica de los alimentos. Aquí se examinarán los pormenores de interés para los laboratorios químicos de los alimentos, en la medida en que influyen en el programa de garantía de la calidad.

##### 3.2.1 Consideraciones generales

La disposición del laboratorio debe diseñarse con criterios de eficiencia. Por ejemplo, la distancia que deba recorrer el personal para llevar a cabo las distintas fases de los procesos analíticos ha de ser lo más corta posible, aun teniendo presente que tal vez haya que separar unos procedimientos de otros por motivos analíticos o de seguridad.

Con frecuencia transcurren cinco años desde que se toma en principio la decisión de construir un nuevo laboratorio hasta el momento en que éste entra en funcionamiento. También se suele prever que no requerirá modificaciones importantes durante otros diez años. Dado que el volumen de trabajo puede cambiar en ese plazo, no es conveniente diseñar un laboratorio teniendo sólo en cuenta los pormenores de las actividades previstas actualmente. Aun en el caso de que el volumen de trabajo sea siempre el mismo, el curso de los acontecimientos puede exigir cambios en la importancia relativa otorgada a los diferentes tipos de análisis. Además, los avances en la instrumentación y en la metodología analítica pueden alterar las necesidades de espacio y las condiciones para un determinado análisis. Existen argumentos a favor del diseño del laboratorio en función de las actividades "genéricas" y "especializadas".

Las actividades genéricas pueden definirse como operaciones químicas "por vía húmeda" para las que es necesario disponer de un gran número de bancos fijos dotados de

agua, electricidad, sumideros, campanas de humos, estanterías para los reactivos y espacio para la limpieza y almacenamiento del instrumental de vidrio, a diferencia de las "salas de instrumentos", donde son necesarios menos servicios (aunque deberán contar con un suministro adicional de gas por tuberías y tal vez una instalación eléctrica fija) y puede ser suficiente una combinación flexible de mesas/bancos móviles.

Pueden ser necesarias salas especializadas para el trabajo que requiere "aire limpio" (por ejemplo, el relacionado con algunos contaminantes ambientales), o para el trabajo con sustancias que han de manipularse con especial cuidado, por motivos de seguridad o para evitar la contaminación cruzada (por ejemplo, materiales radioactivos y algunas sustancias especialmente tóxicas), o para el almacenamiento y distribución de patrones de compuestos puros que se están analizando a niveles residuales en alguna otra parte del laboratorio. Una sala especializada para operaciones en gran escala o actividades de preparación de muestras en las que se desprende polvo, como por ejemplo molienda, mezcla o agitación, será muy conveniente, sobre todo si se prevé trabajar con analitos heterogéneos (por ejemplo, aflatoxinas en nueces o higos para las que a veces se necesitan muestras primarias de 30 kg).

Con arreglo a este criterio, los principales parámetros del diseño son los relacionados con una identificación correcta de las necesidades en lo que respecta a las actividades especializadas y una estimación de las necesidades relativas en lo que respecta a las actividades genéricas de química "por vía húmeda", las que se llevan a cabo en la "sala de instrumentos" y, en su caso, las relacionadas con la "microbiología de los alimentos", cuando se realizan en los mismos locales, como sucede a menudo.

Hacen falta despachos para la administración y el personal de oficina, y baños y aseos para todo el personal. Comer, beber o fumar está siempre desaconsejado, y debería estar prohibido en el laboratorio propiamente dicho; corresponde a la administración reservar una zona separada para este fin. Debe estudiarse la posibilidad de que haya una habitación independiente para el personal, por pequeña que sea, ya que ello no sólo proporciona un mayor grado de seguridad al personal del laboratorio, sino que además contribuye a asegurar la integridad de las muestras.

Para facilitar una rápida evacuación en caso de incendio o cualquier otra emergencia, deben preverse por lo menos dos entradas/salidas en cada habitación, siempre que sea posible.

### **3.2.2 El laboratorio químico**

Desde el punto de vista de la garantía de la calidad, las características del diseño que importan son las que pueden ser causa de resultados erróneos o esfuerzos inútiles, con el incumplimiento de los plazos y el incremento de los costos consiguientes. Unos resultados erróneos pueden deberse a la contaminación de los materiales de ensayo (por ejemplo a causa del polvo) o a la contaminación cruzada con otra muestra o con un patrón. Aunque unas prácticas de trabajo correctas suelen bastar para resolver satisfactoriamente casi todas las situaciones, es muy importante un diseño que prevea un aislamiento en los análisis de trazas entre las preparaciones altamente concentradas y las sustancias puras utilizadas para preparar patrones analíticos: este aislamiento debe mantenerse en todas las instalaciones donde se lava y limpia el equipo, se lava y almacena el instrumental de vidrio, se utiliza ropa protectora o incluso se guardan cuadernos y registros.

También desde el punto de vista de la garantía de la calidad, es muy conveniente que las características del diseño eviten la acumulación de polvo, ya proceda éste de fuentes ambientales o de otras muestras. La contaminación de los materiales de ensayo con polvo suele ser esporádica y desigual, por lo que probablemente se pasará por alto en las comprobaciones normales del control de calidad. Para tratar de evitar el polvo, en el diseño se utilizarán estanterías con puertas de cristal para los reactivos, la encimera del banco de trabajo se mantendrá libre de aparatos "fijos" innecesarios, las superficies de trabajo se limpiarán periódicamente con paños absorbentes y el suelo y los muebles se diseñarán de modo que puedan limpiarse con aspiradoras provistas de filtros apropiados o fregasuelos absorbentes. Se evitarán los diseños que requieren una limpieza por el método tradicional de "la escoba y el plumero", el cual no consigue sino extender la contaminación. Los orificios de entrada del sistema de ventilación y los escapes de las campanas de humos deberán situarse cuidadosamente de modo que se evite la recirculación del aire del laboratorio, con el riesgo de contaminación de los materiales de ensayo y el peligro para el personal del laboratorio que ello entraña.

### 3.3 Control del medio ambiente

Un control adecuado de la temperatura, la humedad y el polvo es importante para el bienestar del personal, el funcionamiento de los instrumentos y la seguridad en el trabajo (por ejemplo, con disolventes inflamables). Los instrumentos ópticos suelen requerir unas condiciones de temperatura estables para funcionar debidamente. Es posible que el equipo electrónico precise unos niveles determinados de temperatura y humedad ambiental. Los ordenadores han de protegerse de campos magnéticos intensos provenientes de otros aparatos; los empleados o visitantes con marcapasos deberán evitar tales campos. Puede que sea necesario un sistema de agua fría de la red de abastecimiento o de refrigeración localizada para que ciertos aparatos funcionen debidamente. Los materiales de ensayo, reactivos y patrones habrán de almacenarse en condiciones reguladas. Algunas sustancias deben protegerse de la luz del sol o de las lámparas fluorescentes que las afectan. Las balanzas e instrumentos ópticos delicados necesitan protección contra las vibraciones (por ejemplo de los mezcladores, tambores y centrífugas) o incluso un soporte estabilizador. Todas estas necesidades han de identificarse y documentarse de manera que en el sistema de garantía de la calidad puedan incluirse procedimientos adecuados para regularlas y tomar las medidas oportunas.

Serán necesarios registros en los que conste que:

- las muestras se reciben, almacenan, manejan y analizan en condiciones ambientales que no afectan negativamente a los análisis;
- los controles de la temperatura, la humedad y la luz en las zonas sensibles son adecuados para proteger las muestras, sus extractos, el personal y el equipo;
- se lleva un registro de los resultados del muestreo ambiental en los locales del laboratorio, en el que se anota también la velocidad de las corrientes de aire que pasan a través de las aberturas de las campanas de humos.

### 3.4 Control de la limpieza

Como en lo que concierne a cualquier otro aspecto de las actividades del laboratorio, la responsabilidad de las operaciones de limpieza deberá definirse claramente. Tanto el personal de la limpieza como el del laboratorio deberán tener instrucciones precisas sobre sus obligaciones respectivas en relación con:

- la limpieza de los suelos, superficies verticales (por ejemplo, armarios, paredes, ventanas y puertas), superficies horizontales (por ejemplo superficies de trabajo, estanterías), equipo, interior de refrigeradores, congeladores, campanas de humos, almacenes de temperatura regulada;
- control del contenido de refrigeradores, congeladores, campanas de humos, almacenes de temperatura regulada;
- comprobación del funcionamiento del equipo de acondicionamiento de aire y extracción de polvo y de las campanas de humos;
- lucha contra las plagas.

El programa de garantía de la calidad incluirá tanto planes de trabajo como registros de observaciones y de medidas necesarias/adoptadas que incluyan las operaciones de limpieza de esta índole.

### 3.5 Documentación para el programa de GC

*Procedimientos para vigilar y registrar las condiciones ambientales críticas (es decir, que afectan a la estabilidad de las muestras, el funcionamiento de los instrumentos, la validez de los análisis y la seguridad del personal), así como cualquier medida adoptada.*

### 3.6 Bibliografía

- 3.1 Weatherwax, J. y Martin, P.G. (1986): Manuales de control de calidad de los alimentos. 1. El laboratorio de control de los alimentos, 2<sup>a</sup> edición. Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, Roma, Italia.

## 4. PERSONAL Y ORGANIZACION

### 4.1 Principios generales

*Cada tarea será realizada por un empleado que:*

- *sepa lo que se espera que haga;*
- *haya sido debidamente capacitado;*
- *sea competente en la actualidad para emprender dicha tarea.*

*El programa de GC incluirá documentación al respecto.*

### 4.2 Estructura de la administración

Una característica importante del programa de GC, que deberá figurar en el Manual de Garantía de la Calidad, es un gráfico actualizado que muestre el organigrama y los distintos niveles de responsabilidad del laboratorio (véase Apéndice 4.1). Cuando el laboratorio forma parte de una organización más amplia, es conveniente también que haya un gráfico en el que se indiquen las relaciones de carácter administrativo y operativo que determinan la entrada de pedidos de trabajo y la salida de resultados del laboratorio, la producción global de éste y los recursos de que dispone (véase el Apéndice 4.2).

### 4.3 Descripción de los puestos

En un laboratorio típico de control de los alimentos, existen dos categorías generales de personal técnico: los analistas, que llevan a cabo los análisis, y el personal auxiliar, que, con una capacitación adecuada y bajo la supervisión de los analistas, prepara las soluciones, limpia el instrumental de vidrio y pesa las porciones de ensayo que han de analizarse.

Tanto los analistas como el personal auxiliar han de ser conscientes de la importancia de su cometido y de la necesidad de informar a su supervisor de cualquier circunstancia que exceda de sus conocimientos, posibilidades o control. La descripción de los deberes y responsabilidades de cada puesto en el laboratorio deberá formar parte del programa de GC. En el organigrama y la descripción de los puestos quedarán claras las interacciones que conlleva el sistema de garantía de la calidad, es decir quién ha de dar instrucciones para que se lleve a cabo una determinada tarea y ha de saber si se ha completado o no satisfactoriamente. Este "circuito de realimentación" proporciona la confianza de que, en caso de que existan problemas, serán descubiertos y solucionados rápidamente, y es un ingrediente importante del programa de GC. Habrá que velar de modo especial por que las descripciones de los puestos incluyan actividades que no entran normalmente en las atribuciones de la administración (por ejemplo, reparaciones del equipo, problemas ambientales).

La descripción de cada puesto del laboratorio contendrá como mínimo tres elementos. Primero, un párrafo de introducción en el que se haga una breve descripción del puesto, indicando el lugar exacto que ocupa en el organigrama general. Segundo, una enumeración detallada de todos los deberes y responsabilidades del analista. Tercero, una indicación del

grado general de supervisión ejercida por el supervisor y la medida en que el analista podrá llevar a cabo su labor con independencia.

Además de los estudios y experiencia, el analista ha de ser físicamente capaz de llevar a cabo las tareas que exija su puesto. Muchos puestos de laboratorio requieren capacidad para manipular matraces y otros instrumentos de vidrio con destreza y seguridad, manejar y mantener equipo de laboratorio, y permanecer de pie o sentado durante períodos prolongados.

Es necesario tener en cuenta las cualidades tanto personales como profesionales que se precisan para un puesto. Algunos puestos de analista requieren un trabajo en equipo, y en tales casos el analista ha de ser capaz de colaborar con sus colegas para alcanzar un objetivo común. En cambio otros analistas realizan operaciones aisladas que no requieren trabajo en equipo.

#### **4.4 Capacitación del personal**

La capacitación será una actividad permanente para todas las categorías del personal y tendrá en cuenta las necesidades a corto y largo plazo.

##### **4.4.1 Responsabilidades**

El supervisor inmediato, que es el que mejor conoce las características del puesto y trabajará a diario con el analista, deberá participar en la selección final de éste.

La selección del personal se orientará normalmente a encontrar la persona más indicada (que puede ser ajena al laboratorio o formar ya parte de él) para un determinado puesto, demostrando y documentando luego sus conocimientos a efectos de la garantía de la calidad. Tal vez esto no requiera un esfuerzo complementario de capacitación. Sin embargo, hay que tener presentes consideraciones más generales. Por ejemplo, puede que ofrecer a un empleado prometedor la oportunidad de adquirir nuevos conocimientos y experiencia, beneficie su carrera y sea útil, a la larga, para el laboratorio. También puede que sea conveniente transferir a un puesto a una persona sin experiencia directa al respecto, con el fin de disponer de una "reserva" suficiente de personal experimentado en ese campo. En tales casos, las necesidades de capacitación pueden ser mayores.

En consecuencia, la capacitación se organizará de modo que permita alcanzar los objetivos del laboratorio en general, y por este motivo deberá confiarse a un miembro del personal de cierta antigüedad. Los objetivos globales de la capacitación podrían consistir en asegurar:

- que el laboratorio disponga de una reserva suficiente de analistas calificados para cada una de las técnicas analíticas;
- que los analistas practiquen las técnicas investigativas del análisis y perfeccionen su capacidad interpretativa;
- que cada empleado comprenda la finalidad de su cometido concreto;

- que cada empleado comprenda la necesidad de cumplir los requisitos del programa de GC;
- que los analistas produzcan unos datos analíticos de precisión conocida que sean significativos y contribuyan al logro de los objetivos del laboratorio.

#### **4.4.2 Métodos y procedimientos**

Será necesaria una capacitación en la metodología analítica específica, impartida de ordinario en el propio laboratorio, ya que no es probable que las organizaciones cercanas realicen la misma clase de trabajos. Habrá que velar también por que el personal de análisis tenga unos conocimientos básicos suficientes de los principios científicos de las operaciones que efectúa. Estos conocimientos tendrán que haberse adquirido en el curso de los estudios académicos, pero, de haber lagunas, éstas deberán identificarse y subsanarse mediante cursillos y seminarios, o con la lectura y la capacitación en el trabajo. El nivel máximo de capacitación corresponde a la interpretación de los datos. Probablemente esta capacitación se recibirá en gran medida en el laboratorio y de un modo relativamente oficioso, ya que puede que sólo se plantee cuando surjan ejemplos concretos.

Todo nuevo empleado recibirá una orientación general acerca de su nuevo lugar de trabajo, que incluirá los aspectos siguientes; presentación a los colegas y al personal de administración, información sobre los horarios y el volumen de trabajo, situación de la biblioteca, comidas, vacaciones, días de paga, situación de los laboratorios, procedimientos para la eliminación de los desechos o del material contaminado, programa de seguridad y vestimenta adecuada para el trabajo de laboratorio.

Después de recibir la orientación general, el analista estará en condiciones de emprender un programa de capacitación científica. La capacitación del analista incumbirá a un supervisor o un analista con experiencia. Esta capacitación será directa, o sea entre el instructor y el analista, y se efectuará en varias fases. Durante la primera fase, el analista se familiarizará con todos los aspectos del programa de GC, como el funcionamiento y mantenimiento del equipo, documentación y contabilidad de muestras, preparación de las fichas de trabajo de los analistas, etc. Según las dimensiones y el detalle del programa de GC, este período de capacitación podrá durar de dos a cuatro semanas.

La segunda fase de la capacitación podría consistir en examinar las técnicas generales de análisis, ejercitarse en unas buenas prácticas analíticas en el banco de trabajo, el uso de equipo y la preparación de soluciones, patrones, etc. También incluirá la familiarización con los pormenores de los procedimientos relacionados con los cuadernos, fichas de trabajo, registros, etc. Esta fase de la capacitación podría exigir hasta dos semanas.

La tercera fase de la capacitación es a menudo la que más tiempo dura. En ella se estudian las técnicas específicas de análisis aplicadas en el laboratorio. El conocimiento profundo del uso correcto de la espectrofotometría, la cromatografía de gases, la cromatografía en capa fina y la cromatografía en fase líquida de alta resolución suele constituir una parte esencial de la capacitación en esta fase, pero la lista de las aptitudes deberá responder a las necesidades del laboratorio.

Cuando enseñe estas técnicas analíticas, el instructor no deberá limitarse a demostrar el procedimiento, sino que explicará también las precauciones que han de observarse cuando

se aplica un método (por ejemplo, evitar la formación de emulsiones o las pérdidas sufridas al concentrar extractos hasta la desecación "a un volumen reducido", realizar algunos análisis con luz difusa), así como la necesidad de analizar ciertos productos inmediatamente o de almacenar los materiales de ensayo a una temperatura determinada antes del análisis.

Además de señalar las precauciones en la aplicación del método, el instructor debe insistir en sus limitaciones. Por ejemplo, es posible que un método no sirva para el análisis de cualquier tipo de alimentos, no sea suficientemente específico o adolezca de una sensibilidad limitada.

Durante todas las fases del período de capacitación, el instructor y el alumno sostendrán frecuentes conversaciones. En el período de capacitación debe quedar claro el "cómo" y el "porqué" de cada aspecto del análisis. Si el analista no hace preguntas durante ese período, el instructor deberá promover el debate preguntándole sobre lo que ha aprendido en el curso de la capacitación.

El registro de capacitación aporta una prueba documental de que se ha proporcionado la orientación inicial, y el analista se ha familiarizado con los principios y conceptos de la garantía de la calidad y ha demostrado su competencia en los procedimientos generales del laboratorio y las técnicas instrumentales básicas. En lo que respecta a los métodos de análisis específicos, debe registrarse la fecha en que el analista ha demostrado un rendimiento satisfactorio (y ha sido autorizado a utilizar esos métodos) y la fecha en que deberá examinarse de nuevo el rendimiento; ello dependerá de la complejidad del análisis y del grado de competencia que requiera. Antes de que se le autorice a seguir aplicando el método durante otro período, se pedirá al analista que demuestre que durante el primer período de autorización ha utilizado el método satisfactoriamente en un número mínimo especificado de materiales de ensayo. De hecho, si el analista no ha llevado a cabo este número mínimo de análisis, la autorización se anulará hasta que haya demostrado de nuevo su competencia bajo supervisión. Si el método ha sufrido cambios considerables desde la autorización inicial, tendrá que hacerse constar que el analista se ha familiarizado convenientemente con el método modificado. Esta documentación proporciona la seguridad de que sólo analistas capacitados en ese momento en el método de análisis en cuestión producen datos analíticos.

También se hará constar en los registros la capacitación impartida a las personas autorizadas para utilizar cada instrumento. Esta documentación proporciona la seguridad de que sólo analistas familiarizados con los instrumentos en cuestión producen datos analíticos. Otra ventaja práctica importante de esta documentación es que proporciona también a la dirección información actualizada sobre quién está capacitado en ese momento para asumir nuevas tareas imprevistas en caso necesario.

#### **4.5 Rendimiento del personal**

Los resultados de los trabajos, el estado de la capacitación y las necesidades de cada empleado al respecto habrán de examinarse con arreglo a un plan, y los procedimientos para este examen deberán incluirse en el Manual de Garantía de la Calidad. Cada analista examinará la situación con el administrador de su sector; también tendrá que intervenir el encargado de la capacitación del personal, aunque no necesariamente en la misma ocasión. Los exámenes se realizarán como mínimo una vez al año, y preferiblemente cada seis meses, o incluso cada tres, durante las etapas iniciales de la capacitación. Habrá que tener cuidado

de que el analista no interprete el examen como algo negativo o amenazador. La finalidad del examen no es sólo que cada cual rinda cuentas; debe servir también para determinar las necesidades de capacitación inmediatas y a largo plazo y tomar las medidas oportunas, crear un foro, que de lo contrario no existiría, para que el analista pueda mantener un debate sobre diversos problemas relacionados con su trabajo, dar al revisor la oportunidad de reconocer, encomiar y documentar el rendimiento satisfactorio del analista, y ofrecer a ambas partes una ocasión para proponer mejoras.

#### 4.6 Personal auxiliar

La gestión y capacitación del personal auxiliar se basarán en los mismos principios, es decir, sólo se le pedirá que haga las tareas para las que ha recibido una cuidadosa instrucción y en las que ha demostrado ser competente. Un instrumento de vidrio que no haya sido debidamente lavado o una balanza que no haya sido correctamente utilizada pueden malograr un análisis con la misma certeza que lo haría una mala técnica analítica, y puede ser más difícil de identificar que ésta dada sus efectos aleatorios sobre la calidad. Puede que los procedimientos para poner en práctica y registrar la capacitación del personal auxiliar sean menos prolijos que en el caso de los analistas, pero no deberán ser menos rigurosos.

#### 4.7 Documentación para el programa de GC

1. *Organigrama en el que se indica la estructura de la administración del laboratorio* *Apéndice 4.1*
2. *Organigrama en el que se indican las relaciones con el organismo principal, los clientes y otras partes* *Apéndice 4.2*
3. Descripciones de cada puesto
4. Registro de capacitación para cada empleado, en el que se indique:
  - la orientación inicial que ha recibido;
  - los cursos externos a los que ha asistido (y los resultados);
  - técnicas generales de laboratorio, mantenimiento de registros, principios de GC;
  - competencia en el uso de instrumentos, incluidas fechas de revalidación (véase también la Sección 6.3 del Capítulo 6);
  - competencia en la aplicación de métodos de análisis, incluidas fechas de revalidación (véase también la Sección 7.5.3 del Capítulo 7).



## 5. MUESTRAS Y MATERIALES DE ENSAYO

### 5.1 Principios generales

*Deberá asegurarse la identidad e integridad de los materiales que se manejan en el laboratorio durante todo el tiempo que están bajo su control, es decir desde la recepción de las muestras hasta la notificación de los datos y la eliminación autorizada del material sobrante.*

*Es necesario que los datos analíticos notificados indiquen la composición de la muestra recibida en su conjunto.*

*El programa de GC incluirá los procedimientos y documentación que sean apropiados.*

### 5.2 Consideraciones generales

El término "muestra" se utiliza tradicionalmente para describir una pequeña parte de una cantidad mayor de material que se toma para un fin determinado. En el ámbito del control de los alimentos se emplea para designar el material tomado de un "lote" (por ejemplo, una remesa, un recipiente, una partida, una carga); en el laboratorio se emplea para designar una porción tomada de una cantidad mayor (por lo general, después de haberla homogeneizado), que puede ser o no la misma porción utilizada en un análisis específico.

#### 5.2.1 Terminología

Dada la confusión que crean los distintos usos, el Codex Alimentarius, AOAC International y la UIQPA recomiendan que se utilice la expresión "material de ensayo" para describir los productos cuyo análisis acepta efectuar un laboratorio; si, como suele suceder, en el análisis sólo se utiliza una parte del material de ensayo, ésta se denominará "porción de ensayo". En consonancia con estas recomendaciones, el término "muestra" se emplea para designar la parte de un "lote" mayor (por ejemplo, una remesa, una partida, una caja, un recipiente, una carga) que se envía al laboratorio para que éste la analice. La persona que toma la "muestra" no suele formar parte del personal, por lo que su actuación no entra en el ámbito de aplicación del programa de GC del laboratorio. Cuando el laboratorio recibe la "muestra", ésta se convierte en un "material de ensayo". El laboratorio es el responsable de su "trazabilidad", es decir de asegurar, a partir de ese momento, que cualquier material de ensayo (y los datos relativos al mismo) puedan distinguirse de todos los demás que maneja el laboratorio. También se responsabiliza de su "integridad", es decir de asegurar que su composición química no se altere antes de que se analice la porción de ensayo. Normalmente el laboratorio no puede responsabilizarse de la integridad y trazabilidad de la muestra antes de su llegada al laboratorio.

#### 5.2.2 Toma de muestras y análisis

Dado que la finalidad de las actividades de control de los alimentos es poder establecer una relación entre los datos analíticos correspondientes a un material de ensayo y el "lote" original del que se ha tomado la muestra, es importante que el laboratorio

participe en las deliberaciones sobre los planes de muestreo y en la determinación del tamaño mínimo de las muestras. Estas cuestiones suelen plantear problemas complejos que no se examinan en este libro, pero son de importancia crucial cuando el control se basa en el contenido medio de componente/contaminante en un "lote". La confianza en la decisión de que un "lote" cumple o no una especificación depende de:

- la eficacia del plan de muestreo para obtener una muestra representativa del lote, y
- la calidad del análisis de esa muestra.

Para que el control de los alimentos sea eficaz, es imprescindible que la cadena de garantía de la calidad no se interrumpa; un programa que incluya sólo una parte de esa cadena puede ser desmotivador para el personal que ve cómo sus datos de calidad garantizada se utilizan en una situación general sometida a un control menos riguroso.

Los productos alimenticios sirven para fines muy diversos; por ejemplo, de ellos se toman muestras para encuestas relacionadas con la composición de los alimentos o estudios sobre ingestas dietéticas, o muestras oficiales que pueden servir de base para adoptar posteriormente medidas reglamentarias. Los procedimientos de garantía de la calidad son en principio los mismos, y su finalidad es también asegurar la trazabilidad e integridad de los materiales de ensayo; sin embargo, en el caso de las muestras oficiales se aplicarán con más rigor los requisitos relativos a una cadena ininterrumpida de pruebas documentales sobre las personas encargadas de custodiar los materiales de ensayo y las medidas adoptadas para preservar su integridad (incluida la protección contra intervenciones fines dolosos) desde el momento en que llega la muestra hasta que se notifican los datos.

### 5.3 Recepción de las muestras e identificación de los materiales de ensayo

El programa de GC comienza para el laboratorio en el momento en que recibe e identifica las muestras de alimentos. Sin una recepción e identificación claras e inequívocas de cada muestra (incluidos los duplicados), no es posible mantener la garantía de la calidad. El libro de registro de los materiales de ensayo del laboratorio será de un tipo en que las hojas estén numeradas y no puedan extraerse; se evitarán los encuadernadores de hojas sueltas. Las anotaciones de los registros informatizados deberán protegerse contra la supresión o modificación; para ello se hará una copia de "reserva" que se guardará en un lugar distinto del original.

A su llegada al laboratorio, todas las muestras han de ser rápidamente consignadas en el sistema de registro de los materiales de ensayo del laboratorio. A cada material de ensayo (ya sea un saco de cereales o un grupo de productos alimenticios envasados) se le asignará un código -lo normal es emplear algún tipo de sistema alfanumérico secuencial- que permita identificar de modo inequívoco ese material y los datos de su análisis. Si se desea se puede incluir también información codificada sobre la naturaleza, origen y fecha de llegada del material de ensayo. Por ejemplo, el identificador 61356-111290-RC-NZ consta de un número de serie inicial de cinco cifras que permite realizar una identificación primaria, pero también contiene la información de que se trata de una muestra de riñones de cordero de Nueva Zelanda que llegó el 11 de diciembre (mes 12) de 1990. El número de cinco cifras debe utilizarse para identificar todas las porciones del material que se analizan o almacenan,

todos los extractos durante el análisis y todos los registros, cromatogramas y hojas de trabajo de los experimentos.

El registro de los materiales de ensayo (véase Apéndice 5.1) contendrá los datos siguientes:

Número del laboratorio  
Fecha de recepción  
Naturaleza de la muestra  
Nombre/dirección del cliente\*  
Número/identificador de la muestra del cliente  
Motivo de la presentación+  
Información requerida  
Estado de la muestra en el momento de su recepción\*\*  
Estado del precinto (precinto oficial/precinto intacto/precinto dañado)  
Proveedor de la muestra (si no es el cliente)  
Cómo se ha recibido la muestra (transportista)  
Código del lugar de almacenamiento  
\*a quien deberán enviarse los resultados  
+por ejemplo, inspección ordinaria, encuesta especial, muestra oficial (a efectos de aplicación de normas)  
\*\*indicar el aspecto externo, por ejemplo normal para el material, mohoso, en descomposición, visiblemente infestado, lata visiblemente deformada o abollada.

Para los fines de la GC, no se puede confiar en los identificadores facilitados por quienes suministran la muestra. El modo en que se elaboran (y cualesquiera errores, inexactitudes o ambigüedades que contengan) suele quedar fuera del ámbito de aplicación del programa de GC del laboratorio, y éste debe limitar cuidadosamente su responsabilidad a las operaciones que controla.

## 5.4 Materiales de ensayo

### 5.4.1 Control y almacenamiento

En muchos laboratorios, las muestras se reciben y registran en una sección central del establecimiento, en la que se asigna un número de identificación al material de ensayo. En otros casos, las muestras se entregan directamente a la sección que ha de analizarlas, y es en ella donde se registran e identifican. En cualquiera de estos casos, se ha de considerar que es en el momento del registro e identificación cuando el laboratorio acepta la muestra presentada. A partir de entonces asume la responsabilidad de la muestra presentada (que, en la terminología utilizada de preferencia, se convierte en el material de ensayo del laboratorio), y debe hacer constar el lugar donde se encuentra y las medidas adoptadas para asegurar su integridad. Cuando proceda, se anotará en el registro quién saca materiales de ensayo del almacén -y los devuelve a éste-, y cuándo lo hace, para poder seguir su recorrido (véase Apéndice 5.2).

El almacenamiento de los materiales de ensayo reviste suma importancia para que los datos analíticos obtenidos puedan retrotraerse hasta la muestra original. El deterioro del material de ensayo invalida cualquier resultado analítico. Por tanto, los materiales de ensayo

deberán almacenarse de manera que se asegure su integridad, seguridad, regularidad y estabilidad; el laboratorio ha de protegerlos contra el deterioro, la contaminación y la pérdida de identidad. Cuando haya que realizar análisis de trazas, será necesario tomar precauciones especiales para que los materiales de ensayo y el equipo no se contaminen con materias extrañas.

Los alimentos se estropean por muchos motivos. Por ejemplo, la carne puede infectarse con bacterias y perder agua, grasa, vitaminas, proteínas, etc. si no se congela cuidadosamente o no se analiza inmediatamente. Los aceites vegetales pueden oxidarse perdiendo parte del contenido de triglicéridos, con el consiguiente aumento de los ácidos grasos libres, mientras que las frutas y hortalizas se descomponen rápidamente a temperatura ambiente como resultado de la acción de las enzimas y de los procesos de maduración naturales.

El almacenamiento de los materiales de ensayo deberá ser adecuado para el tipo de alimento, teniendo presentes el proceso de deterioro y el período de tiempo durante el cual podrán almacenarse los alimentos, incluso en condiciones ideales. Existen tres formas básicas de almacenamiento: a temperatura ambiente (cámara seca), en refrigerador y en congelador. En el programa de GC se especificarán las condiciones que hayan de aplicarse (véase Apéndice 5.3). El tipo de envase en que pueden almacenarse los alimentos plantea también problemas. Los alimentos que contienen grasas y aceites no deben conservarse en recipientes de cobre y otros metales, y los que se deshidratan fácilmente han de almacenarse de modo que se evite la pérdida de agua o las "quemaduras" causadas por la congelación.

Los alimentos perecederos no congelados se mantendrán a una temperatura de 0 a 4°C, y los alimentos congelados permanecerán en ese estado, preferiblemente a -18°C o menos. Todas las muestras perecederas se examinarán en un plazo máximo de 36 horas después de su recolección. Las muestras perecederas que no puedan examinarse en ese plazo se congelarán. Los alimentos no perecederos enlatados o secos podrán almacenarse a la temperatura ambiente antes del análisis.

Además, puede que sea conveniente desecar el material de ensayo para conservarlo en espera de su análisis, siempre que la desecación no afecte al analito.

Especial atención merecen los materiales de ensayo que han de someterse tanto a examen microbiológico como a análisis químico (Ref. 5.1). Cuando el material de ensayo ha de almacenarse congelado y han de realizarse varios análisis distintos, es preferible tomar varias submuestras antes de proceder a la congelación y recurrir a ellas cuando sea necesario.

Cuando se almacenen, todos los materiales de ensayo deberán etiquetarse debidamente de modo que no se pierda la identificación. Por ejemplo, no es prudente identificar una muestra con una etiqueta escrita a lápiz y colocada en el exterior del paquete si éste ha de conservarse en un congelador, ya que la etiqueta se deteriorará rápidamente. También se estropeará si se coloca junto a la superficie del alimento. El método de etiquetado más eficaz será colocar la etiqueta en su propia bolsa de plástico dentro del recipiente del material de ensayo pero separada del alimento por una capa adecuada.

La muestra se conserva luego hasta que puede ser cotejada con una nota de ensayo apropiada que contenga la información susodicha y cualquier otro dato necesario para el análisis y la interpretación de los resultados. La nota de ensayo se confeccionará

preferiblemente de modo que se deje espacio suficiente para los resultados y las observaciones. La muestra y la nota de ensayo (que se cotejarán si llegan en momentos diferentes) se marcarán de modo claro e indeleble con el número de registro antes de entregarlas al analista. A partir de ese momento, el analista identificará con el número del laboratorio todo lo relativo a esta muestra.

#### 5.4.2 Muestra analítica (porción de ensayo)

Antes de extraer las porciones de ensayo, el analista se asegurará de que todos los registros están en orden, se ha mantenido la integridad, los recipientes están intactos y los precintos (si los hay) no se han roto. Ha de aclararse toda ambigüedad en cuanto a los requisitos analíticos: por ejemplo, en el caso de sardinas enlatadas en aceite, si se ha de analizar el pescado, el aceite o el contenido íntegro de la lata.

Para llevar a cabo el análisis, el analista extrae primero una porción de ensayo. Si el material de ensayo comprende más de un producto (fruta, hortaliza, etc.), la porción de ensayo deberá contener material proveniente de cada uno de los productos, lo que habitualmente se consigue desmenuzando los productos y extrayendo una porción. En el caso de algunos productos enlatados o envasados cuya composición cabe suponer que será uniforme, puede que sea suficiente utilizar un solo producto. Una vez extraída la porción de ensayo, el material de ensayo restante se devuelve al almacén.

#### 5.4.3 Traslado del material de ensayo

En ocasiones es necesario enviar un material de ensayo a otro laboratorio para llevar a cabo un análisis especializado o por exceso de trabajo. A no ser que el otro laboratorio forme parte del mismo programa de GC o que ambos laboratorios estén acreditados por el mismo plan (o un plan equivalente), este traslado significará que la calidad de la porción de ensayo enviada para llevar a cabo ese análisis deja de estar garantizada por el laboratorio "de origen". Esto debe quedar claro en el informe de análisis al cliente, aun cuando el otro laboratorio se haya seleccionado por su conocida competencia en los análisis en cuestión, y se haya tenido especial cuidado de asegurar la integridad del material de ensayo durante el traslado.

#### 5.4.4 Eliminación del material de ensayo

Los sistemas de GC no se limitan a asegurar el mantenimiento de la identidad y trazabilidad de los materiales de ensayo hasta que se notifican los resultados. Muchos sistemas oficiales de GC exigen que los registros y en ocasiones las muestras se conserven durante largos períodos (a menudo hasta 6 años). En tales casos será necesario documentar los procedimientos de eliminación y llevar el registro correspondiente. El libro de registro constará de columnas en las que se detalle cuándo, cómo y dónde se eliminó el material de ensayo.

Cuando se trata de materiales residuales valiosos, como concentrados de aromatizantes, extractos de lúpulo u oleoresinas, puede que el remitente pida su devolución. Si es así, en el registro, en la nota de ensayo y en el informe sobre la prueba se hará constar la fecha de la devolución y el nombre de la persona a quien se han devuelto los materiales, y la persona competente firmará el registro.

El mismo procedimiento podrá aplicarse a los productos sujetos a impuestos, o producidos o importados ilegalmente.

## 5.5 Documentación para el programa de GC

1. *Registro para la recepción de muestras y la identificación de materiales de ensayo* Apéndice 5.1
2. *Materiales de ensayo: diagrama de circulación de las muestras sometidas a examen en el laboratorio* Apéndice 5.2
3. *Condiciones de almacenamiento de los materiales de ensayo procedentes de alimentos* Apéndice 5.3
4. *Instrucciones sobre el marcado/etiquetado de materiales de ensayo*
5. *Formato de la nota de ensayo*
6. *Declaración al cliente sobre la situación de las muestras trasladadas a otro laboratorio por lo que respecta a la GC*
7. *Declaración sobre el período de conservación y sobre la autorización y los procedimientos de eliminación de los materiales de reserva*

## 5.6 Referencia

- 5.1 Estudio FAO: Alimentación y Nutrición. 14/12: Manuales para el control de calidad de los alimentos, 12. La garantía de la calidad en el laboratorio microbiológico de control de los alimentos (1992), Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, Roma, Italia. ISBN 92-5103053-7.

## 5.7 Bibliografía general

"Instructions on Codex Sampling Procedures". Document CX/MAS 1 - 1987. Joint FAO/WHO Food Standards Programme: Codex Committee on Methods of Analysis & Sampling.

Estudio FAO: Alimentación y Nutrición. 14/9: Manuales para el control de calidad de los alimentos, 9. Introducción a la toma de muestras de alimentos (1989), Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, Roma, Italia. ISBN 92-5102680-7.

## 6. EQUIPO

### 6.1 Principios generales

*Cada pieza del equipo utilizado en el curso de las actividades reguladas por un programa de GC deberá estar en buen estado de funcionamiento, que se sepa.*

*Los instrumentos sólo podrán ser utilizados por personal debidamente capacitado.*

*Se especificará la naturaleza y frecuencia de las comprobaciones del funcionamiento de cada instrumento, así como la persona encargada de llevarlas a cabo. Será preciso registrar el resultado de tales comprobaciones, las posibles medidas correctivas, el resultado de éstas, y (cuando proceda) una lista actualizada del personal capacitado para utilizar el instrumento en cuestión.*

*El programa de GC incluirá procedimientos para documentar todo ello.*

### 6.2 Clases de equipo

Casi todo el equipo de un laboratorio de control de los alimentos puede clasificarse en dos categorías, a saber:

- equipo de elaboración, como por ejemplo mezcladores y trituradores, secadores, estufas y hornos, centrífugas, refrigeradores y congeladores, placas calientes y baños de agua, agua inerte y purificadores;
- equipo de medición, como por ejemplo balanzas, medidores de pH, espectrofotómetros (UV/visible y AA), cromatógrafos en fase líquida de alta resolución, cromatógrafos de gases, polarímetros; aunque no son necesariamente instrumentos de medición, los microscopios pueden incluirse en esta categoría.

El equipo de ambas categorías requiere cierto grado de mantenimiento, y algunos instrumentos exigen comprobaciones periódicas de la calibración. Deberá documentarse la naturaleza y frecuencia de las medidas adoptadas para cada instrumento y la persona encargada de aplicarlas.

### 6.3 Limitaciones al uso del equipo

El equipo utilizado en el análisis de calidad garantizada tendrá un uso limitado. Esto significa que el equipo será utilizado exclusivamente por personal capacitado en su funcionamiento (véase la Sección 4.4 del Capítulo 4), y sólo se utilizará en procedimientos reconocidos para los que sea idóneo. Unicamente las personas autorizadas para ello se encargarán de la calibración y mantenimiento de este equipo. Todo el instrumental y el equipo utilizados en el análisis de calidad garantizada llevarán una etiqueta que los identifique como tales y se incluirán en la auditoría realizada periódicamente por el Director de Calidad o su suplente.

## 6.4 Mantenimiento, calibración y reparación

Una vez que el equipo está instalado y en funcionamiento, es necesario mantenerlo y llevar un registro. El modo de hacerlo dependerá en cierta medida del sistema administrativo que se aplique en el laboratorio. En un laboratorio autónomo, habrá un programa integral de mantenimiento del equipo, en el que se especificarán los criterios aplicables al funcionamiento de cada instrumento, las medidas que habrán de tomarse si un instrumento no satisface esos criterios y el mantenimiento periódico que ha de efectuar el personal del laboratorio o un servicio técnico externo, así como un cuaderno en el que se registrarán las comprobaciones, los defectos de funcionamiento y las reparaciones. En este cuaderno podrá anotarse también con qué frecuencia se utiliza un instrumento y quién lo utiliza. Una característica bastante evidente de este sistema es que cada instrumento está bajo la responsabilidad de un empleado determinado.

Cuando el instrumento pueda someterse a una calibración física, el cuaderno incluirá anotaciones al respecto. Estas anotaciones comprenderán, por ejemplo, las comprobaciones periódicas de la calibración de la longitud de onda y la absorbencia de los espectrofotómetros. En el caso de ciertos tipos de equipo espectroscópico, puede ser conveniente llevar a cabo comprobaciones periódicas de la sensibilidad y resolución utilizando una disolución patrón de una sustancia química apropiada. Por lo que respecta a muchas determinaciones analíticas, podrán aplicarse diariamente una serie de normas como parte de la calibración de todo el método; sus resultados permitirán una comprobación indirecta de los instrumentos.

En la mayoría de los casos se designará a una o más personas para que mantengan y calibren determinadas piezas del equipo, las cuales firmarán en el libro de registro, dando fe de cualesquiera cambios o calibraciones efectuados en el equipo. Tan pronto como se observe que un instrumento necesita una reparación o calibración, deberá colocarse en él una etiqueta que indique que no ha de utilizarse para los análisis. La etiqueta que identifica al instrumento inutilizable sólo se retirará una vez que éste se haya reparado y comprobado de nuevo a satisfacción del jefe de sección o del Director de Calidad. Se hará constar el defecto y su origen, la reparación y la nueva calibración. De este modo se dispondrá de un registro básico del estado del equipo, así como de una relación actualizada de cualesquiera averías graves y sistemáticas del mismo. También se anotará el lugar donde se guardan las instrucciones de empleo y los manuales técnicos relativos al equipo.

El plan elegido para el mantenimiento, calibración y reparación del equipo dependerá de diversos factores. Se puede recurrir a la contratación de servicios externos, pero éstos suelen ser costosos y el plazo para atender las solicitudes de reparación puede ser excesivamente largo. Si en el laboratorio se dispone de cierta pericia, puede que sea conveniente complementarla cuando se adquieren nuevos instrumentos; a menudo las condiciones de compra incluyen la capacitación intensiva en el mantenimiento y reparación, junto con el acceso a un número de teléfono para recibir asesoramiento técnico sobre detección y reparación de averías. Esto permite a menudo diagnosticar el problema y sustituir los componentes defectuosos sin el gasto y la demora que a veces implica la llamada a un servicio técnico. Al tomar decisiones relativas a la selección de los instrumentos que han de comprarse, se sopesará, por un lado, el costo y la disponibilidad de tales servicios, y por otro, el grado en que la producción del laboratorio depende de una reparación rápida en caso de que un instrumento no pueda utilizarse. También habrá que tener en cuenta la necesidad

de comprar en ese momento una serie de piezas de repuesto cuidadosamente elegidas, para no tener que recabar la aprobación y esperar la entrega cuando se produce una avería.

## 6.5 Actividades programadas

En el manual de la FAO sobre la GC en los laboratorios microbiológicos de control de los alimentos (Ref. 5.1) se ofrecen algunas sugerencias en relación con las comprobaciones del funcionamiento, el mantenimiento y la calibración del equipo básico y el instrumental de vidrio del laboratorio. En el Apéndice 6.5 se indican procedimientos análogos para instrumentos y servicios habitualmente utilizados en los laboratorios químicos de control de los alimentos.

- cromatógrafos de gases (inyectores, columnas, estufas, suministro de gas, detectores, evaluación de datos y curvas de calibración);
- cromatógrafos en fase líquida de alta resolución (disolventes, bombas, columnas, detectores);
- espectrofotómetros de absorción atómica (instrumentos ópticos, quemadores, nebulizadores);
- espectrofotómetros (instrumentos ópticos, celdas, lámparas);
- balanzas;
- polarímetros.

La amplitud y minuciosidad de los procedimientos establecidos en el programa de GC dependerán necesariamente de las actividades y objetivos del laboratorio, los cuales a su vez estarán determinados por las conclusiones a las que se haya llegado en las deliberaciones con los clientes acerca de las normas analíticas que imponen sus necesidades.

El equipo que se utilice para una amplia variedad de actividades tendrá que ser de calidad garantizada a un nivel que responda al nivel de rendimiento necesario en la esfera de actividad más exigente; si este nivel está muy alejado del que se alcanza en el volumen principal de trabajo, puede que sea rentable separar el equipo utilizado para el trabajo más exigente y aplicar a la mayoría de las actividades un nivel de calidad garantizada más apropiado, modesto y eficaz en función de los costos. Cuando se requiere un coeficiente de variación de  $\pm 1$  por ciento, tal vez sea conveniente trabajar con un instrumental de vidrio calibrado con exactitud, pero no tiene mucho sentido utilizarlo en algunos análisis de trazas en los que es aceptable un coeficiente de variación de  $\pm 10$  ó 20 por ciento en los resultados finales.

Cualesquiera que sean las decisiones adoptadas a este respecto, en la documentación de garantía de la calidad deberá quedar claro qué medida se adoptará, quién la adoptará y cómo se verificará.

Tanto en este como en otros componentes del programa de GC, la administración deberá asegurarse de que el programa está efectivamente al servicio de los objetivos del laboratorio; no debe permitirse que sea el programa el que los determine.

## 6.6 Documentación para el programa de GC

1. Listas del equipo de elaboración y de medición utilizado en actividades de calidad garantizada.

Apéndice 6.1

2. Programa de mantenimiento y comprobación del funcionamiento (y persona encargada de aplicarlo) para cada pieza del equipo.

3. Cuaderno de registro para cada pieza del equipo en el que se haga constar:

- su procedencia, con una lista actualizada de usuarios autorizados;

Apéndice 6.2

- comprobaciones y defectos (fecha, anomalías, medidas adoptadas, diagnóstico y reparación, fecha de reutilización).

Apéndice 6.3

4. Aviso para equipo defectuoso.

Apéndice 6.4

## 7. METODOS DE ANALISIS

### 7.1 Principios generales

*El método elegido para el análisis deberá ser adecuado al fin para el que se requieren los resultados.*

*Cuando se aplique un método de análisis a materiales de ensayo, deberán conocerse sus características de rendimiento en el laboratorio.*

*Todo método de análisis aplicado a materiales de ensayo deberá vigilarse de modo constante y llevar asociados procedimientos de control de calidad.*

*El analista que aplique un método de análisis a materiales de ensayo deberá haber demostrado su competencia al respecto.*

*Deberá haber pruebas documentales de que todos estos principios se respetan.*

### 7.2 Elección del método

El análisis de alimentos puede ser necesario para diversos fines, como por ejemplo:

- |                                     |                        |
|-------------------------------------|------------------------|
| 1. Control de sustancias prohibidas | - encuestas            |
|                                     | - aplicación de normas |
| 2. Control de sustancias permitidas | - encuestas            |
|                                     | - aplicación de normas |
| 3. Normas sobre composición         | - encuestas            |
|                                     | - autenticidad         |
|                                     | - aplicación de normas |
| 4. Composición de alimentos         | - encuestas            |
| 5. Ingesta alimentaria              | - encuestas            |

Todos los métodos de análisis entrañan incertidumbre en cuanto a los resultados que producen, lo cual ha de tenerse en cuenta al seleccionar el método que habrá de utilizarse con un determinado fin. Esta incertidumbre puede tener consecuencias importantes cuando se ha de adoptar una medida en relación con un nivel particular de analito. No deberá haber equívocos entre el cliente y el analista con respecto al modo en que han de utilizarse los datos para que ofrezcan resultados de "calidad" ("idóneos para el fin a que están destinados"). La situación merece un examen más detenido, por lo que a continuación se analizan algunos de los principales factores indicados en el ejemplo.

Tomemos un método que, con un nivel de analito de 100 mg/kg, haya mostrado una desviación estándar (DE) de  $\pm 20$  mg/kg durante su aplicación en el laboratorio. Desde el punto de vista estadístico, existe una confianza del 95 por ciento de que mediciones repetidas con un material de ensayo que contenga 100 mg/kg estarán situadas dentro de  $2 \times \text{DE}$  del valor verdadero, es decir entre 60 y 140 mg/kg. Por consiguiente, y para tener una confianza del 95 por ciento de identificar todos los materiales de ensayo que contengan como mínimo 100 mg/kg, deberá considerarse que todos los resultados incluidos en el intervalo entre 60 y 100 mg/kg proceden posiblemente de material que tenía de hecho como mínimo 100 mg/kg.

- Si se juzga la autenticidad de un producto por un contenido mínimo de 100 mg/kg de un componente específico, cualquier material de ensayo que arroje un resultado incluido en el intervalo entre 60 y 100 mg/kg podrá ser un "falso negativo", es decir que, si se examina más detenidamente, podrá demostrarse que contiene como mínimo 100 mg/kg.
- A la inversa, deberá reconocerse que cualquier resultado incluido en el intervalo entre 100 y 140 mg/kg procede posiblemente de un material que contenía de hecho menos de 100 mg/kg.
- Si el nivel máximo permitido de un aditivo es de 100 mg/kg, cualquier resultado incluido en el intervalo entre 100 y 140 mg/kg podrá ser un "falso positivo", es decir que, si se examina más detenidamente, podrá demostrarse que procede de un material que contiene realmente menos de 100 mg/kg.
- Cuanto menor sea la desviación estándar, menor será el intervalo de los resultados que exigen un análisis más detenido para evitar "falsos positivos" o "falsos negativos", por ejemplo con una DE de  $\pm 10$  el intervalo de confianza del 95 por ciento es de 80-120 mg/kg.
- Es importante conocer el rendimiento actual del método en el laboratorio: si se supone que la DE es 20, cuando de hecho es sólo 10, se están derrochando los esfuerzos con un nivel de reexamen del material de ensayo innecesariamente elevado, pero si la DE es en realidad 30, puede que algunos materiales se consideren aceptables cuando de hecho no lo son.
- En el caso de sustancias prohibidas o con niveles máximos permitidos, puede que sea necesario tener en cuenta las consecuencias de tolerar falsos negativos; si una única ingestión de alimentos contaminados entraña un riesgo considerable para el consumidor, una confianza del 95 por ciento de detectar positivos podrá ser insuficiente y habrá que considerar la posibilidad de escoger un parámetro analítico más riguroso, pero si se fija un nivel máximo permitido, como en el caso de casi todos los aditivos y residuos, en una concentración que pueda consumirse durante toda la vida sin riesgos apreciables, se podrá aceptar un criterio pragmático al establecer el nivel de confianza para detectar todos los "positivos".
- Para los fines de una encuesta, los requisitos podrán ser menos estrictos. En tal caso, dado que no se adoptará ninguna medida ateniéndose a unos resultados aislados, y siempre que el método de análisis permita obtener, como promedio, el valor verdadero (es decir, no haya un sesgo sistemático en

lo que respecta a los datos, y el número de falsos positivos sea igual al de falsos negativos), el valor efectivo de la DE no tendrá una importancia tan decisiva como para las actividades con fines de aplicación de normas, ni tampoco será tan importante conocer con tanta exactitud su valor actual.

### 7.2.1 Requisitos de rendimiento

Los métodos de análisis han de elegirse teniendo en cuenta su rendimiento en relación con los requisitos convenidos, los más importantes de los cuales, desde el punto de vista técnico, son los siguientes:

Exactitud:	Falta de error sistemático; grado en que los resultados medios de varias determinaciones se aproximarían al valor verdadero, en particular cuando se aproximan a la concentración en la que podría adoptarse una medida o, en el caso de una encuesta, por encima del intervalo de las concentraciones previstas.
Precisión:	Grado de coincidencia entre repetidas determinaciones independientes realizadas con el mismo material de ensayo, en particular en concentraciones próximas a aquellas en las que podría adoptarse una medida o, en el caso de una encuesta, por encima del intervalo de las concentraciones previstas.
Límite de detección:	Especificado en función de un nivel dado de confianza en detectar la presencia de una sustancia que no debería estar presente o como una concentración que debe ser, como mínimo, un factor de 3 por debajo del nivel en que podría ser necesaria una decisión.
Límite de determinación:	Especificado en función del nivel más bajo en el que pueda cuantificarse la concentración con un grado dado de confianza.
Sensibilidad:	Cambio en la respuesta por unidad de concentración, habitualmente especificada en concentraciones próximas a aquéllas en las que podría adoptarse una medida.
Especificidad:	Grado en que otras sustancias (conocidas) pueden dar origen a una señal perturbadora.
Ambito de aplicación:	Intervalo de matrices a las que se aplican las características de rendimiento.
Propiedades prácticas:	Variedad de usos, pertinencia.
Fiabilidad:	Resistencia, independencia relativa respecto de la destreza del analista.

Otras características que tal vez sea necesario tener en cuenta son la sencillez, rapidez y costo.

#### 7.2.2 Métodos de referencia/oficiales

Estos métodos podrán ser especificados por los organismos reglamentarios con fines de aplicaciones de normas o estipulados por organizaciones comerciales como base para resolver diferencias. Será necesario someterlos a un amplio proceso de ensayos entre laboratorios y documentar perfectamente sus características de rendimiento. La precisión de estos métodos (es decir, la coincidencia entre los resultados obtenidos en momentos diferentes, por analistas diferentes o en laboratorios diferentes) es muy importante. Es posible que a veces estos métodos no sean excesivamente exactos, es decir pueden estar sujetos a un error sistemático que dé lugar a un resultado incorrecto, pero que afecte a todos los laboratorios del mismo modo y no influya en la validez de la comparación entre los resultados. También puede haber procedimientos que den un resultado para un componente alimentario no tipificado, como por ejemplo la fibra dietética, que dependa del método aplicado. Su característica más importante es su capacidad de producir resultados comparables en cualquier laboratorio competente.

En estos casos, el método ha de especificarse detalladamente y aplicarse con gran cuidado. Cualquier discrepancia con respecto al método prescrito podría dar lugar a un error sistemático que introduciría un sesgo en todos los resultados de ese análisis.

#### 7.2.3 Métodos ordinarios/oficiales

También estos métodos pueden ser estipulados por organizaciones comerciales o por organismos reglamentarios; son métodos que pueden aplicarse cotidianamente al trabajo ordinario. Se habrán sometido a numerosos ensayos comparados entre laboratorios, y aunque no suelen tener las mismas características de alto rendimiento que los métodos de referencia, son más rápidos, más prácticos y menos costosos, y tienen una precisión y exactitud suficientes para la mayoría de los materiales de ensayo. Deben presentar un grado aceptable de coincidencia con el método de referencia en lo que respecta al valor "verdadero" del parámetro medido, en particular cuando éste está próximo a un nivel utilizado en la aplicación de normas. Cuando quepan dudas sobre un determinado resultado, deberá analizarse de nuevo el material de ensayo aplicando el método de referencia.

#### 7.2.4 Métodos ordinarios/internos

Puede tratarse de métodos de análisis elaborados en el laboratorio; aunque es posible que algunos sean métodos nuevos, lo más frecuente es que se basen en un método oficial que se ha simplificado de algún modo para que resulte más fácil, rápido, barato y cómodo de aplicar. Normalmente no se han sometido a ensayos entre laboratorios, pero muestran características de rendimiento (distintas de la reproducibilidad entre laboratorios) que son comparables a las del método oficial. Al igual que otros métodos ordinarios, deberán coincidir perfectamente con el método de referencia en lo que respecta a los valores próximos a un nivel utilizado en la aplicación de normas, y si es probable que se ponga en duda un resultado, se aplicará el método de referencia en un nuevo análisis.

#### 7.2.5 Métodos de selección

Cuando se prevea que el nivel del analito contenido en la mayoría de los materiales de ensayo no tendrá ulterior interés, podrá utilizarse un método de "selección" para seleccionar las muestras que merecen un examen más detenido. Estos métodos suelen basarse en una técnica muy distinta de la utilizada en el método de referencia. El método de selección será rápido, sencillo, resistente y práctico para el número (habitualmente) muy reducido de matrices en las que se utiliza ampliamente y, como indica su nombre, proporcionará un medio muy fiable para distinguir entre unos pocos materiales de ensayo en los que la concentración de analito podría aproximarse al nivel en que han de adoptarse medidas (o superarlo) y un gran número de materiales en los que no se aproxima. Las características de rendimiento por las que ha de juzgarse que un método de selección produce resultados de calidad serán por tanto muy distintas de las asociadas con un método de referencia. Los criterios de la "idoneidad para los fines a los que está destinado" difieren notablemente, pero en ambos casos es igualmente importante, por lo que respecta a la garantía de la calidad, un buen conocimiento de las características de rendimiento que determinan la idoneidad de uno y otro para sus fines respectivos.

#### 7.2.6 Procedimientos operativos estándar

La expresión "procedimientos operativos estándar" (POE) se ha utilizado con anterioridad para describir sobre todo procedimientos administrativos y financieros, pero ahora se emplea cada vez más en relación con la documentación de métodos de análisis con fines de garantía de la calidad. En este último sentido, describe todos los aspectos de un método de análisis (utilizando a menudo un formato prescrito por la ISO) que permitirá a otro analista repetir el análisis en el futuro. Suele comprender secciones tales como Introducción, Principios, Seguridad, Ambito de aplicación, Toma de muestras, Reactivos, Patrones, Aparatos, Procedimientos, Cálculo y Control de calidad.

En la medida en que forman parte del programa de GC, todos los métodos de análisis del laboratorio deberán documentarse como POE. En el Manual de Calidad se establecerá el procedimiento para aprobar un nuevo POE; de ordinario esto requerirá un examen de la documentación sobre el procedimiento y su validación en el laboratorio por el jefe de sección y el Director de Calidad. Deberá ser fácil conseguir una lista de los POE utilizados en ese momento y las fuentes de otros métodos documentados (por ejemplo, los de BSI, FIL, AOAC International) que se aplican en el laboratorio; cuando haya más de una versión de un método publicado, en la lista deberá quedar claro qué versión se utiliza en ese momento.

#### 7.2.7 Autorización para modificar los métodos

Los analistas deberán disponer de copias escritas de los métodos utilizados y aplicar el método exactamente como figura en ellas. No podrán efectuar modificaciones importantes en los métodos sin estar autorizados para ello, y deberán hacer constar las variaciones de poca importancia. La decisión de aplicar una versión diferente de un método publicado corresponderá al jefe de sección y al Director de Calidad, quienes aprobarán también las variaciones en los POE del laboratorio, incluidos posibles cambios en el procedimiento o su ampliación para abarcar nuevos alimentos. El proceso de aprobación comprenderá un examen del grado en que es necesaria una revalidación del método, así como del resultado de cualquier revalidación que sea necesaria.

## 7.3 Validación de los métodos de análisis

### 7.3.1 Validación inicial

Todos los métodos deberán someterse a una validación en el laboratorio antes de su utilización en el análisis de un material de ensayo, debiéndose especificar en el programa de GC lo que esto representa. Los métodos elaborados externamente deberán comprobarse para demostrar que producen resultados fiables en las condiciones existentes en el laboratorio, aun cuando hayan sido objeto ya de un amplio proceso de validación entre laboratorios por parte de organismos especializados. La finalidad será verificar si las características de rendimiento conseguidas en el laboratorio son coherentes con las establecidas en la validación entre laboratorios. El jefe de sección y el Director de Calidad aprobarán el proceso que habrá de seguirse para validar en el laboratorio un método ensayado en colaboración, el cual será normalmente más breve que el de validación de un método interno y podrá limitarse a una evaluación por parte de un solo analista. Este proceso incluirá los siguientes aspectos:

Exactitud:	Juzgada por el resultado obtenido con un material de referencia y por la "recuperación" obtenida a partir de una muestra "marcada".
Precisión:	Juzgada por un número convenido de muestras replicadas y análisis múltiples en diferentes días con el mismo material de ensayo.
Especificidad:	Juzgada por la ausencia de señales perturbadoras en un "campo" en blanco de la matriz prevista.
Límite de detección y/o determinación:	Juzgado <u>o bien</u> por determinaciones múltiples en un campo en blanco, <u>o bien</u> , si resulta más conveniente, en un campo en blanco marcado a un nivel considerablemente por debajo del nivel de acción previsto.
Sensibilidad:	Juzgada por la capacidad de distinguir entre concentraciones muy similares en la región del nivel de acción.
Ambito y posibilidad de aplicación:	Si un método ha de utilizarse en una matriz distinta de aquélla en la se había validado originalmente, deberá comprobarse su rendimiento en la matriz prevista. Los métodos pueden diferir en su rendimiento con matrices aparentemente muy similares; por ejemplo, están bien documentadas las diferencias entre cereales, así como las diferencias entre especies en el caso de la carne.

La validación de un método elaborado en el propio laboratorio debe identificar además los factores que normalmente se revelan en el ensayo entre laboratorios, por consiguiente incluirá una demostración de la robustez del método (es decir, de su capacidad de funcionar igualmente bien en manos de diversos analistas) y la identificación de todos los aspectos del método que tienen una importancia decisiva para su capacidad de producir datos correctos,

como por ejemplo la calidad de los reactivos, las precauciones contra las pérdidas, el rendimiento de la columna (pérdida progresiva de poder de resolución, picos "fantasmas", contaminación cruzada).

### 7.3.2 Validación sobre la marcha

Es necesario algún tipo de comprobación sobre la marcha de que el método sigue funcionando debidamente. La naturaleza y frecuencia de estas comprobaciones dependerán de la complejidad del método, el grado de pericia necesario, el "historial" de fiabilidad del método, el número de muestras analizadas, la modalidad de utilización (sobre la marcha o esporádica) y la calidad de los datos necesarios. Para los fines de la garantía de la calidad, las comprobaciones sobre la marcha de la validez del método deberán ser acordadas por el jefe de la sección y el Director de Calidad y ser documentadas en el POE para que los usuarios del método estén al tanto de los requisitos. Las comprobaciones sobre la marcha suelen revestir la forma de algunos de los procedimientos de GC que se examinan a continuación, o de todos ellos.

## 7.4 Procedimientos de control de calidad

Estos procedimientos tienen como finalidad comprobar sistemáticamente la validez de cada serie de resultados; la forma que asuman dependerá de factores como los indicados en el párrafo anterior. En general, su objetivo será mostrar que se está logrando el rendimiento previsto del método, que la contaminación no constituye un problema, que la recuperación del material añadido alcanza el nivel previsto, que el grado de coincidencia entre las réplicas y entre los análisis múltiples es satisfactorio y que los resultados analíticos están en consonancia con los previstos. Será necesario aplicar algunas o la totalidad de las medidas de control que se indican a continuación, las cuales deberán figurar en el POE relativo al método.

### 7.4.1 Controles del muestreo

En algunos casos puede ser importante comprobar que la porción de ensayo es representativa del material recibido; será necesario demostrar que se ha tenido en cuenta la posibilidad de una distribución desigual del analito en la matriz (por ejemplo, aflatoxina en nueces e higos secos, o plaguicidas en algunas frutas y hortalizas de hoja) y que los resultados de una serie de porciones de ensayo extraídas del mismo material de ensayo coinciden en la medida que cabía prever por las características conocidas de repetibilidad del método.

### 7.4.2 Determinaciones replicadas

Cuando es costumbre notificar los resultados sobre la base de una única determinación, de vez en cuando se deberán incluir en una serie analítica determinaciones replicadas del mismo material de ensayo. Es preferible que las réplicas se seleccionen al azar en la serie, y lo ideal sería que el analista no estuviera informado de su presencia.

#### 7.4.3 Controles positivos

Cuando se prevé que la mayoría de las porciones de ensayo no contendrán cantidades significativas del analito, es importante analizar una porción de ensayo a la que se haya añadido analito y demostrar que el análisis produce el resultado previsto. Este procedimiento puede utilizarse para comprobar la eficacia de los ensayos de selección, en análisis de presencia/ausencia o para comprobar la capacidad de identificar correctamente porciones de ensayo que contienen analito al nivel de acción. Podrá aplicarse para evaluar la incidencia de falsos negativos.

#### 7.4.4 Controles negativos

En el caso contrario, cuando casi todas las porciones de ensayo contienen cantidades significativas del analito, es importante incluir cierto número de porciones de ensayo que estén prácticamente exentas de analito con el fin de proporcionar confianza en que los niveles de contaminación del laboratorio son aceptables. Este empleo del "campo en blanco" -muestra de la matriz que está prácticamente exenta de analito- es especialmente importante en los análisis de trazas de aditivos, residuos y contaminantes; es preferible a los reactivos en blanco -que no contienen matriz de ensayo- ya que, además de vigilar la contaminación durante el análisis, permite evaluar la especificidad del método para discriminar los compuestos que interfieren en la matriz. Los resultados obtenidos con los "campos en blanco" suelen servir también de base para determinar los límites de detección y de determinación.

En la otra forma de control negativo se emplean materiales de ensayo de los que se sabe que contienen analito en niveles ligeramente por debajo del nivel de acción, cuyos resultados permiten comprobar la incidencia de los falsos positivos.

#### 7.4.5 Patrones internos

Cuando han de efectuarse numerosos análisis similares durante un cierto período de tiempo, es útil comprobar la coherencia entre los datos mediante el uso de patrones internos. Para ello se homogeneiza una cantidad relativamente grande de la matriz que contiene el analito en un nivel apropiado, la cual se homogeneiza y se conserva en unas condiciones en que el analito se mantiene estable. A intervalos especificados, se incluye en una serie normal de análisis una porción de ensayo extraída de este patrón interno. Es posible así comprobar si el método produce datos coherentes durante un período de tiempo y estimar la precisión a largo plazo que se está consiguiendo. En la Sección 7.4.7 se examinan posibles modos de utilizar los datos sin elaborar con fines de garantía de la calidad.

La realización de un gran número de análisis múltiples con el patrón interno durante un breve período permite calcular la precisión (repetibilidad) del método. Si éste se ha sometido a un ensayo en colaboración, podrá compararse la precisión del laboratorio con la conseguida por los laboratorios colaboradores.

#### 7.4.6 Materiales de referencia certificados

Se trata de materiales de ensayo homogéneos en los que el analito ha sido determinado cuidadosamente, normalmente por una serie de laboratorios especializados y preferiblemente utilizando una serie de técnicas analíticas diferentes, cuyos datos se utilizan para certificar

los materiales en función de la concentración del analito y la incertidumbre que plantea esta cifra. Analizando periódicamente un material de referencia certificado (MRC) es posible comprobar la exactitud de los resultados que se están obteniendo. El patrón interno demuestra la precisión (coherencia) de los datos que se están obteniendo, mientras que los MRC demuestran la exactitud, es decir el grado en que los resultados se aproximan al valor correcto. Aunque en principio podrían utilizarse MRC para ambos fines, no es habitual hacerlo, en primer lugar porque los MRC sólo están disponibles en cantidades limitadas y deben reservarse para el fin al que están destinados, y en segundo lugar porque es raro encontrar un MRC que consista en el analito correcto en una concentración pertinente en la matriz necesaria. Un MRC que no reúne estos criterios es de hecho menos válido que un patrón interno para comprobar la precisión de un método.

#### 7.4.7 Gráficos de control

Como se indica en la Sección 7.4.5, el uso de un patrón interno permite obtener información importante acerca de la precisión de un método utilizado en el laboratorio y reconocer las modificaciones introducidas en él. Llevando a cabo un gran número de determinaciones con un patrón cuando el método parece estar funcionando correctamente es posible calcular la desviación media y estándar de la concentración de analito. Los resultados de los análisis del patrón efectuados periódicamente como parte de una serie normal de análisis permiten determinar si el método está bajo control, es decir si el patrón está dando resultados coherentes con la estimación original de la desviación media y estándar. La información puede representarse visualmente de varias maneras, de las cuales la más sencilla es utilizada es el gráfico de control descrito por Garfield (Ref. 2.1). Garfield recomienda que la medición inicial de control comprenda de 2 a 5 determinaciones efectuadas numerosas veces durante un período especificado. Se ha indicado que son necesarios 25 conjuntos de mediciones para las estimaciones iniciales de la media de las medias y la desviación estándar. La media de las medias se utiliza como punto medio del gráfico, mientras que los límites de advertencia se señalan a una desviación estándar de +2 y -2. Sobre la base de una distribución normal, el 95,5 por ciento de las medias de los conjuntos subsiguientes de determinaciones se situará entre desviaciones estándar de +2 y -2, y el 99,7 por ciento entre desviaciones estándar de +3 y -3. En el Cuadro 7.1 infra se ofrecen algunos indicios frecuentes de que el método de análisis se está descontrolando.

El procedimiento susodicho se basa en las medias de grupos de determinaciones. Sin embargo, muchos laboratorios notifican resultados basados en determinaciones aisladas, por lo que deberían utilizar gráficos de control basados en puntos que representan determinaciones aisladas; si es así, el cálculo inicial de la desviación media y estándar debe basarse también en determinaciones aisladas. El valor absoluto de la desviación estándar será mayor, pero ello no afecta a la significación estadística de las modalidades en las observaciones.

## CUADRO 7.1

### GRAFICOS DE CONTROL : ALGUNOS INDICIOS Y CAUSAS DEL DESCONTROL DE UN METODO

Observaciones	Possible causa
1 o más puntos fuera de $3 \times \text{DE}$	Rendimiento del analista, técnica defectuosa, desviación respecto del procedimiento
2 puntos consecutivos fuera de $2 \times \text{DE}$	Como en el caso anterior
4 puntos consecutivos fuera de $2 \times \text{DE}$	Como en el caso anterior
7* puntos consecutivos, todos ellos por encima o por debajo media	Preparación incorrecta de los patrones o de los reactivos, calibración incorrecta de los instrumentos, error del analista, contaminación
7* o más puntos consecutivos, todos ellos en aumento	Deterioro de los patrones o de los reactivos
7* o más puntos consecutivos, todos ellos en disminución	Evaporación de disolvente del patrón deterioro de los reactivos

\* una sucesión de 4 o más puntos consecutivos puede activar una investigación si las consecuencias de un cambio/derivación en los resultados son graves para el cliente.

## 7.5 Procedimientos de garantía de la calidad

### 7.5.1 Rendimiento de los métodos de análisis

En el POE para cada método de análisis se especificarán los procedimientos de control de calidad indicados en las Secciones 7.4.1 a 7.4.6. También se especificará de ordinario el tamaño de la partida y, cuando proceda, la frecuencia normal de:

- las muestras con "reactivo en blanco", así como el valor máximo aceptable y la desviación estándar;
- las muestras con campo en blanco, así como el valor máximo aceptable y la desviación estándar;
- las muestras con campo en blanco marcadas, junto con los niveles de marcado y la magnitud de las recuperaciones aceptables en cada nivel;
- las réplicas no descubiertas, y la diferencia máxima aceptable;

- los patrones internos, con su valor certificado e incertidumbre;
- material de referencia certificado - con su valor certificado e incertidumbre.

En los POE se especificarán también las medidas que han de adoptarse cuando las comprobaciones del control de calidad muestran que el método no satisface los criterios estipulados. Esto puede llevar a interrumpir los análisis con materiales de ensayo hasta que se haya restablecido un rendimiento satisfactorio (de ser posible, sobre la base de una medida correctiva determinada); en casos menos extremos, podrá especificarse un aumento del grado de control de calidad hasta que se hayan determinado y rectificado las causas de defectos de poca importancia. Como en el caso de otros aspectos de la garantía de la calidad, es necesario especificar en el programa qué medidas han de adoptarse, quién debe aplicarlas y cómo se han de verificar.

### 7.5.2 Trazabilidad de una medición

Con el fin de proporcionar confianza en que la cifra notificada es correcta, el procedimiento analítico debe basarse en un "patrón" al que pueda retrotraerse directamente el valor medido. En muchos casos, este "patrón" será una muestra de analito puro. Así pues, la trazabilidad depende normalmente de los datos que justifican:

- que la balanza en la que se ha pesado una porción conocida de analito puro había sido calibrada correctamente y funcionaba debidamente;
- que el instrumental de vidrio (pipetas, matraces volumétricos, etc.) en que se ha preparado la disolución patrón primaria -y se han efectuado las diluciones subsiguientes- había sido calibrado correctamente, al igual que el utilizado para las alícuotas de las muestras "marcadas", etc.;
- que, si se utiliza alguna propiedad física (por ejemplo, el coeficiente de extinción en una longitud de onda específica) para verificar la pureza del patrón primario, se han verificado debidamente la calibración de la longitud de onda del instrumental y la de la absorbencia;
- que si la medición puede verificarse mediante comparación con la respuesta de un patrón interno o de alguna otra sustancia, se ha verificado la magnitud relativa de la señal procedente de ambas sustancias, se ha demostrado que es constante en una gama suficiente de concentraciones y se han hecho todas las mediciones analíticas dentro de esta gama lineal.

La exactitud (y su incertidumbre) necesaria para cada etapa del proceso de demostración por el que se establece la trazabilidad de la medición final debe tener en cuenta las características globales de rendimiento del método de análisis. Los criterios de trazabilidad serán mucho más importantes en un método con una desviación estándar relativa (DER) de  $\pm 0,1$  por ciento en la concentración medida que en uno con una DER de  $\pm 20$  por ciento. No obstante, para los fines de la garantía de la calidad la trazabilidad de una medición debe ser siempre verificable por medio de pruebas documentales; sin una trazabilidad documentada no puede haber confianza en el resultado.

En cada POE deberá indicarse la vía a través de la cual los resultados pueden retrotraerse a un patrón.

### **7.5.3 Autorización para utilizar un POE**

El analista no podrá aplicar un método a materiales de ensayo hasta que no haya demostrado satisfactoriamente durante la capacitación que puede hacerlo. Cuando sea apropiado para el método, se le podrá pedir que demuestre una exactitud y precisión aceptables con material de referencia interno, una recuperación aceptable del analito añadido a niveles pertinentes y un número de "blancos" suficientemente bajo. En el POE (o en un anexo) se especificarán los criterios de "aceptabilidad" que han de adoptarse, por cuanto tiempo se concede la autorización, el número mínimo de análisis que habrán de efectuarse para que la autorización siga siendo efectiva, etc. (véase la Sección 4.4 del Capítulo 4). También se enumerarán todos los analistas autorizados en ese momento a aplicar el método y la fecha en que ha de revisarse/renovarse la autorización. Esta lista complementa la relación de POE para los que está autorizado cada analista y que figura en su registro de capacitación.

## **7.6 Documentación para el programa de GC**

*Lista de métodos aprobados para su empleo en el laboratorio:*

*Procedimiento para la aprobación de nuevos POE*

*Procedimiento para la validación en el laboratorio de nuevos POE*

*Procedimiento para la validación en el laboratorio  
de un POE sometido a un ensayo en colaboración*

*POE para cada método aprobado*

*Apéndice 7.1*

*Procedimiento para modificar un POE*

*Procedimientos de control de la calidad para  
POE durante su empleo (Gráfico de control)*

*Apéndice 7.2*

*Autorización para utilizar un POE - procedimiento*

*Apéndice 7.3.1*

*- registro*

*Apéndice 7.3.2*

## 8. PRODUCTOS QUÍMICOS, REACTIVOS Y MATERIALES

### 8.1 Principios generales

*Cuando la pureza de la sustancia utilizada en un análisis sea importante para la calidad de los resultados, los procedimientos deberán prever la verificación posterior de que sólo se han utilizado materiales de la pureza requerida.*

### 8.2 Especificaciones y pedidos

El empleo de materiales de pureza innecesariamente alta resulta demasiado costoso, mientras que el de un material que no sea suficientemente puro puede redundar en unos datos inutilizables. De cualquier forma, supone un derroche de recursos. En el POE para cada uno de los métodos de análisis se especificará la calidad de cada uno de los materiales utilizados. Esto podrá hacerse en términos generales, como por ejemplo: "Salvo indicación en contrario, todos los reactivos son como mínimo de la calidad correspondiente a un reactivo para fines generales o a un reactivo analítico". Las excepciones a esta regla general se especifican en el texto del POE y son fáciles de reconocer por parte del analista.

También son necesarias especificaciones para aparatos como columnas de cromatografía, de las que habrá que especificar no sólo los materiales, la construcción y las dimensiones físicas, sino también las características de rendimiento esenciales. Estas podrán referirse simplemente al número de placas teóricas, pero en algunos casos puede que haya de especificarse la capacidad para resolver un par crítico de compuestos. Cuando la pureza o la especificación del rendimiento son de importancia decisiva, es conveniente disponer de procedimientos para garantizar que las remesas se someten a ensayo a su llegada con el fin de comprobar que cumplen los requisitos necesarios, lo cual permite devolver los materiales al proveedor y evitar un derroche de recursos en análisis poco satisfactorios. Se sabe que las columnas absorbentes de "limpieza" utilizadas en algunos análisis de trazas y las columnas de inmunoafinidad que se emplean cada vez más en algunos análisis de micotoxinas y residuos de medicamentos presentan una variación considerable entre partidas por lo que respecta al rendimiento del usuario (aun cuando estén conformes con la especificación del fabricante), por lo que los programas de GC deberán incluir procedimientos para comprobar las nuevas partidas.

Puede ser útil que el procedimiento incluya el requisito de anotar la fecha cuando llegan nuevas remesas al laboratorio (y preferiblemente cuando empiezan a utilizarse). Este requisito permite determinar el origen del problema si los procedimientos de control de calidad prescritos en el POE indican que la calidad analítica no resulta satisfactoria. Incluso materiales muy comunes (como el sulfato sódico utilizado para secar extractos en disolvente orgánico) pueden contener a veces impurezas que interfieren en los análisis, por lo que un sistema de registro adecuado, que abarque una amplia variedad de materiales de laboratorio, será un componente valioso del programa de garantía de la calidad.

### 8.3 Duración en almacén y conservación

En el programa de GC se indicarán los materiales y situaciones que pueden provocar cambios capaces de influir en la calidad analítica, y se especificarán los procedimientos que han de seguirse para reducir al mínimo esos cambios.

Por lo general esto se conseguirá adoptando medidas muy sencillas, como el almacenamiento a baja temperatura, la exclusión del oxígeno, la prevención de la evaporación, la exclusión de la luz y la limitación del tiempo de almacenamiento. En la documentación sólo será necesario describir los procedimientos en los que se establece la temperatura de almacenamiento, el tipo de embalaje y la duración en almacén. Esta última suele ser mucho más breve en el caso de las soluciones diluidas, como los patrones de trabajo, que en el de los compuestos puros o las soluciones concentradas, distinción que recogerán los procedimientos. Cuando se especifique la temperatura de almacenamiento, deberá haber también un registro actualizado de la temperatura en el refrigerador/congelador/cámara fría utilizada.

Otro factor que ha de tenerse en cuenta es la contaminación. Debe garantizarse la separación estricta entre los componentes puros o soluciones concentradas de analitos que han de medirse a niveles residuales en materiales de ensayo y los materiales de ensayo y disoluciones de patrones de trabajo diluidas que se almacenen. Para ello deberá excluirse el uso del mismo instrumental de vidrio, etc. para los patrones y el material de ensayo. Es necesario especificar en los POE los procedimientos que han de seguirse.

### 8.4 Materiales peligrosos

Todo laboratorio químico trabaja con sustancias que son efectiva o potencialmente peligrosas. Las prácticas de trabajo del laboratorio han de garantizar que el riesgo a que está expuesto el personal (y el público en general) sea suficientemente bajo.

Esto se conseguirá habitualmente mediante el diseño del laboratorio, la selección y capacitación del personal y la introducción de medidas documentadas y apropiadas para prevenir el riesgo de incendio, explosión, contacto con materiales cáusticos o corrosivos, exposición a vapores nocivos, etc. Por lo que respecta a la garantía de la calidad de los resultados analíticos, éstos tenderán a estar asociados con algunos de los patrones puros/concentrados de sustancias sumamente tóxicas/cancerígenas. En este caso, los procedimientos necesarios para evitar que el equipo y los materiales de ensayo se contaminen con cantidades residuales serán con frecuencia muy similares a los necesarios para garantizar una adecuada protección del personal.

### 8.5 Documentación para el programa de GC

1. *POE en los que se especifiquen la calidad mínima de los reactivos, las características de rendimiento, etc.*
2. *Procedimientos para comprobar que las remesas se ajustan a las especificaciones fundamentales.*

3. *Registro de la llegada y utilización por vez primera de nuevas partidas de materiales fundamentales.*
4. *POE en los que se incluyan las condiciones de almacenamiento para los materiales fundamentales.*
5. *Libros de registro de la temperatura de los refrigeradores, congeladores, etc. utilizados para almacenar materiales fundamentales.*
6. *POE en los que se especifiquen las precauciones necesarias para prevenir la contaminación de los materiales de ensayo.*
7. *POE en los que se indiquen los peligros para el personal y se especifiquen los procedimientos que han de seguirse.*

#### 8.1 Materiales de referencia certificados

Los materiales de referencia certificados son materiales con una o más propiedades que han sido suficientemente caracterizadas para su uso en la calibración de métodos de análisis. En el Capítulo 7 (sección 7.5) se indica la forma de acceso. El proceso de certificación habrá incluido una supervisión de la estabilidad a largo plazo de la concentración de analito en las condiciones de almacenamiento estipuladas para el MRC. El programa de GC requerirá procedimientos para verificar que así ha sido. Por lo general, esto implicará llevar un registro de la temperatura de almacenamiento del MRC y de la exactitud del termómetro utilizado para medirla.

La trazabilidad depende también del supuesto de que las características de rendimiento del método de análisis son las mismas en el caso del MRC que en el de las matrices del material de ensayo. Teniendo en cuenta que la variedad de MRC resultantes disponibles es limitada, rara vez es posible proporcionar un MRC equiparable con uno nuevo. En estas condiciones, lo único que cabe hacer es buscar pruebas de las diferencias en el rendimiento analítico que dependen de la matriz (por ejemplo, interferencias, diferencias en la temperatura), y, si no se establecen, aceptar el supuesto.

La variedad de MRC en el sector alimentario es todavía bastante reducida, y la introducción tardará algunos años en mejorar. La escala temporal indica el cuidado puesto en demostrar la homogeneidad y estabilidad del material, las laboratorias mediciones realizadas habitualmente en cierto número de laboratorios utilizando cierto número de técnicas, y el riguroso examen de los resultados con el fin de llegar a un valor certificado para la concentración de analito y la incertidumbre asociada a él.

En la actualidad, entre los mayores productores de MRC se incluyen los siguientes:

la Oficina de Referencias de la Comunidad Europea, con sede en Bélgica;

el National Institute of Standards and Technology (NIST), anteriormente denominado National Bureau of Standards (NBS), con sede en Gaithersburg, EE.UU.

### 8.3 Dib. análisis control y manejo de los materiales y procesos al se enzima

En el programa de GC se indicarán los materiales y situaciones que pueden provocar cambios (p. ej. de color) en la calidad final y se especificarán los procedimientos que han de seguirse para reducir al mínimo esos cambios.

Por lo general se le sugerirá almacenar las muestras al abrigo de la luz y el calor, y en un ambiente a baja temperatura, en función de la velocidad de la evaporación, la exclusión de la luz y la limitación del tiempo de almacenamiento. En la documentación se debe especificar el tiempo de almacenamiento que no debe superar 10 días para las soluciones diluidas y se debe indicar que ésta debe ser mucho más breve en el caso de las soluciones diluidas, como los patrones de trabajo, de los más complejos patrones de los que se obtendrá una mejor calidad de los procedimientos. Cuando se especifique el almacenamiento, deberá haber también un registro actualizado de la temperatura en el refrigerador/congelador cámara fría utilizada.

Otro factor que ha de tenerse en cuenta es la contaminación. Debe garantizarse la separación estricta entre los compuestos puros o soluciones concentradas de análisis que han de mezclarse a niveles residuales en materiales de ensayo y los materiales de ensayo y disoluciones de patrones de trabajo diluidas que se almacenen. Para ello deberá excluirse el uso del mismo instrumental de vidrio, etc. para los patrones y el material de ensayo. Es necesario especificar en los POE los procedimientos que han de seguirse.

### 8.4 Materiales peligrosos

Todo laboratorio químico trabaja con sustancias que son efectiva o potencialmente peligrosas. Las prácticas de trabajo del laboratorio han de garantizar que el riesgo a que está expuesto el personal (y el público en general) sea suficientemente bajo.

Esto se conseguirá habitualmente mediante el diseño del laboratorio, la selección y capacitación del personal y la introducción de medidas documentadas y apropiadas para prevenir el riesgo de incendio, explosión, contacto con materiales cancerígenos o corrosivos, exposición a vapores nocivos, etc. Por lo que respecta a la garantía de la calidad de los resultados analíticos, éstos tenderán a estar asociados con algunos de los patrones y procedimientos de sustancias sumamente tóxicas/cancerígenas. En este caso, los procedimientos necesarios para evitar que el equipo y los materiales de ensayo se contaminen con residuos serían con frecuencia muy similares a los necesarios para garantizar una adecuada protección del personal.

### 8.5.1 Documentación para el programa de GC

1. POE en los que se especifica la calidad mínima de los recipientes, las características de rendimiento, etc.

2. Procedimientos para comprobar que los recipientes se ajustan a las características mencionadas.

## 9. PATRONES

### 9.1 Principios generales

*Los resultados analíticos han de poder retrotraerse a un punto de referencia cuantitativo, que suele ser un patrón de algún tipo.*

*La validez de los resultados analíticos depende pues de la confianza en que se han conseguido mantener la identidad y pureza de este patrón.*

*El programa de GC incluirá pruebas documentales en tal sentido.*

### 9.2 Materiales de referencia certificados

Los materiales de referencia certificados (MRC) son materiales con una o más propiedades que han sido suficientemente cuantificadas para que puedan utilizarse en la calibración de métodos de análisis. En el Capítulo 7 (Sección 7.4) se indica la forma de hacerlo. El proceso de certificación habrá incluido una investigación de la estabilidad a largo plazo de la concentración de analito en las condiciones de almacenamiento estipuladas. Al utilizar el MRC como punto de referencia de la trazabilidad de los resultados analíticos, la cadena de pruebas depende de que se observen las condiciones de almacenamiento estipuladas para el MRC. El programa de GC requerirá procedimientos para verificar que así ha sido. Por lo general, esto implicará llevar un registro de la temperatura de almacenamiento del MRC y de la exactitud del termómetro utilizado para medirla.

La trazabilidad depende también del supuesto de que las características de rendimiento del método de análisis son las mismas en el caso del MRC que en el de las matrices del material de ensayo. Teniendo en cuenta que la variedad de MRC actualmente disponibles es limitada, rara vez es posible procurarse un MRC equiparado con una matriz. En estas condiciones, lo único que cabe hacer es buscar pruebas de las diferencias en el rendimiento analítico que dependen de la matriz (por ejemplo, interferencias, diferencias en la recuperación), y, si no se encuentran, aceptar el supuesto.

La variedad de MRC en el sector alimentario es todavía bastante reducida, y la situación tardará algunos años en mejorar. La escala temporal indica el cuidado puesto en demostrar la homogeneidad y estabilidad del material, las laboriosas mediciones realizadas habitualmente en cierto número de laboratorios utilizando cierto número de técnicas y el minucioso examen de los resultados con el fin de llegar a un valor certificado para la concentración de analito y la incertidumbre asociada a ella.

En la actualidad, entre los mayores productores de MRC se incluyen los siguientes:

- la Oficina de Referencia de la Comunidad Europea, con sede en Bélgica;
- el National Institute of Standards and Technology (NIST), anteriormente denominado National Bureau of Standards (NBS), con sede en Gaithersburg, EE.UU.;

- el Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA), con sede en Austria.

En el Apéndice 9.1 se ofrece una lista de proveedores, con sus direcciones. El Laboratory of the Government Chemist del Reino Unido dispone de un servicio de asesoramiento sobre materiales de referencia (REMAS) con una base de datos informatizada que incluye más de 4 500 materiales de referencia de diversas procedencias.

### 9.3 Patrones internos

En el Capítulo 7 (Sección 7.4) se examinaron el concepto de patrones internos y su función en el control de calidad. Para poder emitir un juicio válido sobre la coherencia interna de los resultados analíticos a largo plazo, es necesario un punto de referencia, función que está previsto que cumplan los patrones internos. Toda discrepancia prolongada de los resultados indica una modificación en el rendimiento del instrumento, o en la concentración de los patrones utilizados para calibrar los instrumentos o "marcar" los experimentos a fin de determinar la recuperación correspondiente al método, o en la calidad de los reactivos.

Esta conclusión se basa en el supuesto de que el patrón interno es estable. Este supuesto puede verificarse comparando ocasionalmente los resultados con los obtenidos a partir de un MRC que se ha conservado en condiciones conocidas para mantener el analito en el valor certificado.

### 9.4 Sustancias patrón

Casi todos los métodos de análisis prevén el uso de un material de pureza conocida como fuente de los patrones de trabajo para calibrar la respuesta de los instrumentos y para "marcar" los experimentos a fin de determinar la recuperación analítica. El material que puede conseguirse de fuentes comerciales se describe a menudo como >95 por ciento, >99 por ciento ó >99,9 por ciento. Estas cifras suelen ser dadas por un solo laboratorio y con frecuencia no proporcionan el mismo grado de confianza que las cifras relativas a los MRC. Pueden plantear un problema cuando se presentan resultados analíticos que sólo se retrotraen a material de este tipo. Por ejemplo, si se declara que un material tiene una pureza de >95 por ciento, ¿qué cifra habrá de darse por sentada cuando se preparen patrones de calibración: 95 por ciento, 100 por ciento, 97,5 por ciento u otra distinta? Si se utiliza la cifra del 95 por ciento y la pureza es en realidad del 99 por ciento, todos los resultados arrojarán un error sistemático de +4 por ciento aproximadamente. Un criterio práctico sería el siguiente:

Si la incertidumbre debida a la reproducibilidad del método de análisis dentro del laboratorio es significativamente mayor que la incertidumbre respecto a la pureza del patrón de calibración, puede que ésta última no sea importante. Si la incertidumbre respecto a la pureza es en general comparable a la reproducibilidad dentro del laboratorio (o mayor que ésta), la confianza en los resultados se ve afectada, lo que deberá quedar claro cuando se notifiquen los resultados. Si se ve afectada la "idoneidad para los fines a los que están destinados" los resultados, deberá hacerse todo lo posible por obtener un patrón con una pureza documentada con más precisión. Siempre que se presenten pruebas suficientes, esta información podrá basarse en las mediciones realizadas en el laboratorio.

## 9.5 Materiales peligrosos - Véase el Capítulo 8 (Sección 8.4)

## 9.6 Documentación para el programa de GC

*POE que incluyan instrucciones para el almacenamiento de MRC y sustancias patrón*

*Apéndice 7.1*

*Registro de las temperaturas de almacenamiento*

*Registro de la calibración del termómetro*

*POE que incluyan instrucciones para el uso de patrones internos y de MRC (cuando existan)*

*Apéndice 7.2*

## 10.1 Importancia de la comprobación de la competencia

Los procedimientos de garantía de la calidad descritos en capítulos anteriores no garantizan por si solos unos resultados correctos, pero proporcionan confianza en que detectarán los posibles resultados incorrectos y ayudarán a descubrir el origen del error. La comprobación de la competencia -conocida a veces "evaluación del rendimiento"- es la parte del programa de GC que vela por la exactitud ("corrección") de los resultados obtenidos con materiales de ensayo reales que está notificando de hecho el laboratorio. Por lo general consiste en proporcionar al analista un material de ensayo y pedirle información específica sobre sus propiedades; en un laboratorio de control de los alimentos se informará al analista sobre la naturaleza del producto alimenticio y se le pedirá que informe sobre uno o más parámetros específicos de su composición (humedad, grasa, proteína, ceniza, composición de ácidos grasos, concentración de plomo, residuos de plaguicidas o de medicamentos, etc.). El analista tratará el material de ensayo como cualquier otro material, lo analizará con los procedimientos habituales y notificará los resultados como de costumbre. Lo ideal sería que se enviara informado de que se trata de una comprobación de la competencia, pero a menudo esto no es posible.

Un único resultado incorrecto en una comprobación aleatoria de este tipo dará lugar sin duda a la adopción de medidas inmediatas para subsanar el defecto, pero un único resultado correcto no garantiza de modo alguno que todos los resultados sean de la calidad alcanzada en la comprobación de la competencia. Mucho más significativas serán las series de comprobaciones y la comparación a largo plazo entre los resultados previstos y los conseguidos por el laboratorio (así como cualesquier tendencias o discontinuidades que revele esta comparación). Por consiguiente, es necesario que la comprobación de la competencia se efectúe periódicamente y responda al número de materiales de ensayo analizados y a la calidad de los datos recuperados.

La importancia concreta a los resultados de la comprobación de la competencia aumentará probablemente como consecuencia de las nuevas tendencias regionales e internacionales, las cuales:

En el Apéndice 9.1 se ofrece una lista de proveedores, con sus direcciones, del Laboratory of the Government Chemist (Bogart) que dispone de un servicio de asesoramiento sobre materiales de referencia (REMAS) con una base de datos informática que incluye más de 2000000 de referencias de los materiales de referencia. REMAS incluye más de 3000000 de referencias de los materiales de referencia.

### 9.3. Patrones internos

comprobación de la consistencia de los resultados

En el Capítulo 7 (Sección 7.4) se considera el concepto de los controladores y su función en el control de calidad. Para poder emitir un juicio válido sobre la consistencia interna de los resultados analíticos (significativa precisión) es necesario atenerse a la función Q.C. establecida que cumpla los patrones internos (estándares). Una alteración constante de los resultados indica una modificación en el rendimiento del instrumento, o en la concentración de los patrones utilizados para calibrar los instrumentos o "marcar" los experimentos a fin de determinar la recuperación correspondiente al método, o en la calidad de los reactivos.

Esta conclusión se basa en el supuesto de que el patrón interno es estable. Este supuesto puede verificarse comprobando ocasionalmente los resultados con los obtenidos a partir de un MRC que se ha conservado en condiciones conocidas para mantener el analito en el valor certificado.

### 9.4. Sustancias patrón

Casi todos los métodos de análisis prevén el uso de un material de pureza conocida como fuente de los patrones de trabajo para calibrar la respuesta de los instrumentos y para "marcar" los experimentos a fin de determinar la recuperación analítica. El material que puede conseguirse de fuentes comerciales se describe a menudo como >95 por ciento, >99 por ciento ó >99.9 por ciento. Estas cifras suelen ser dadas por un solo laboratorio y con frecuencia no proporcionan el mismo grado de confianza que las cifras relativas a los MRC. Pueden plantear un problema cuando se presentan resultados analíticos que sólo se refieren a material de este tipo. Por ejemplo, si se declara que un material tiene una pureza de >95 por ciento, ¿qué cifra habrá de darse por separada cuando se preparen patrones de palidez de 95 por ciento, 100 por ciento, 97.5 por ciento u otra distinta? Si se utiliza la cifra del 95 por ciento y la pureza es en realidad del 99 por ciento, todos los resultados asociados al error sistemático de ±4 por ciento aproximadamente. Un criterio práctico sería el siguiente:

Si la incertidumbre debida a la reproducibilidad del método de análisis dentro del laboratorio es significativamente mayor que la incertidumbre respecto a la pureza del patrón de calibración, puede que ésta última no sea importante. Si la incertidumbre respecto a la pureza es en general comparable a la reproducibilidad dentro del laboratorio (o mayor que ésta), la confianza en los resultados se ve afectada, lo que deberá quedar claro cuando se divulguen los resultados. Si se ve afectada la "idoneidad para los fines a los que están destinados" los resultados, deben hacerse todo lo posible por obtener un patrón con una pureza documentada con más precisión. Siempre que se presenten pruebas suficientes, esta información podrá basarse en los resultados realizados en el laboratorio.

## 10. COMPROBACION EXTERNA DE LA COMPETENCIA

### 10.1 Principios generales

*Una evaluación externa e independiente de la corrección de los resultados típicos permite comprobar de modo imparcial la calidad analítica. Esta evaluación puede hacerse por medio de un plan de comprobación de la competencia entre laboratorios.*

*Los procedimientos aplicados al analizar materiales de ensayo en un plan de este tipo deberán ser los que utiliza normalmente el laboratorio.*

*La comprobación de la competencia ofrece tan sólo una información "instantánea", por lo que complementa el control de calidad continuado pero no lo sustituye, y debe considerarse simplemente como una parte de las actividades globales de garantía de la calidad.*

### 10.2 Importancia de la comprobación de la competencia

Los procedimientos de garantía de la calidad descritos en capítulos anteriores no garantizan por sí solos unos resultados correctos, pero proporcionan confianza en que detectarán los posibles resultados incorrectos y ayudarán a descubrir el origen del error. La comprobación de la competencia -denominada a veces "evaluación del rendimiento"- es la parte del programa de GC que vela por la exactitud ("corrección") de los resultados obtenidos con materiales de ensayo reales que está notificando de hecho el laboratorio. Por lo general consiste en proporcionar al analista un material de ensayo y pedirle información específica sobre sus propiedades; en un laboratorio de control de los alimentos se informará al analista sobre la naturaleza del producto alimenticio y se le pedirá que informe sobre uno o más parámetros específicos de su composición (humedad, grasa, proteína, ceniza, composición de ácidos grasos, concentración de plomo, residuos de plaguicidas o de medicamentos, etc.). El analista tratará el material de ensayo como cualquier otro material, lo analizará con los procedimientos habituales y notificará los resultados como de costumbre. Lo ideal sería que no estuviera informado de que se trata de una comprobación de la competencia, pero a menudo esto no es posible.

Un único resultado incorrecto en una comprobación aleatoria de este tipo dará lugar sin duda a la adopción de medidas inmediatas para subsanar el defecto, pero un único resultado correcto no garantiza de modo alguno que todos los resultados sean de la calidad alcanzada en la comprobación de la competencia. Mucho más significativas serán las series de comprobaciones y la comparación a largo plazo entre los resultados previstos y los conseguidos por el laboratorio (así como cualesquiera tendencias o discontinuidades que revele esta comparación). Por consiguiente, es necesario que la comprobación de la competencia se efectúe periódicamente y responda al número de materiales de ensayo analizados y a la calidad de los datos requeridos.

La importancia concedida a los resultados de la comprobación de la competencia aumentará probablemente como consecuencia de las nuevas tendencias regionales e internacionales, las cuales:

- exigirán que los datos de los laboratorios sean mutuamente aceptables entre países para numerosos fines reglamentarios;
- harán más énfasis analítico en las características de rendimiento del método utilizado por el laboratorio que en el uso obligatorio de los métodos prescritos.

Como respuesta a estas tendencias, un Grupo de Trabajo conjunto ISO/AOAC International/UIQPA ha preparado un protocolo armonizado para comprobar la competencia de los laboratorios de análisis químico (Ref. 10.1). En este protocolo se indican y explican las principales características recomendadas para los planes de comprobación de la competencia, que se enumeran el Apéndice 10.1. Lo más probable es que en el futuro los planes de comprobación de la competencia utilizados en los laboratorios químicos de control de los alimentos se atengán cada vez más a este protocolo.

### 10.3 Características orgánicas de un plan de comprobación de la competencia

La aplicación cotidiana del plan incumbirá a un coordinador, en consulta con un pequeño grupo de científicos que desempeñen actividades prácticas en el laboratorio, los cuales le asesorarán sobre aspectos generales de la aplicación y el contenido del plan. El coordinador documentará todas las prácticas y procedimientos del plan en un Manual de Calidad. Los materiales de ensayo deberán ser homogéneos y generalmente similares en cuanto a composición y concentración de analito a los materiales analizados habitualmente; se distribuirán con una frecuencia que oscilará entre dos semanas y cuatro meses dependiendo de las necesidades y los recursos. Se informará de antemano a los participantes sobre el calendario de distribución de las muestras, análisis, notificación de los resultados, interpretación de los mismos y asignación y publicación de las "puntuaciones" (véase infra). Los analistas utilizarán un método elegido por ellos mismos, es decir el método que el laboratorio elegiría normalmente para materiales de ensayo similares a los del plan.

Deberá quedar claro el modo en que se decide el valor ("verdadero", "fijado como objetivo") asignado a la concentración de analito. Los laboratorios serán evaluados sobre la base de la diferencia entre sus resultados y el valor asignado. En el protocolo armonizado se prevé un procedimiento estadístico para calcular las puntuaciones relativas al rendimiento de cada laboratorio. Los resultados de todos los laboratorios se notificarán a los participantes en forma de histograma, como mínimo. A cada participante se le notificará su propia puntuación, pero no podrá conocer la de los otros participantes.

Para que la comprobación de la competencia sea satisfactoria, los procedimientos utilizados por los laboratorios que participen en ella serán los mismos que utilicen normalmente; por ejemplo, sólo se llevarán a cabo determinaciones replicadas (y se notificarán las medias) si la norma es esa. Evitar desviaciones con respecto a la práctica habitual que mejoren la puntuación y falseen de hecho los resultados de la comprobación de la competencia es una cuestión de integridad profesional.

## 10.4 Limitaciones de los planes de comprobación de la competencia

Un plan de comprobación de la competencia proporciona una evaluación basada en lo que de ordinario sólo es una parte muy pequeña de los resultados producidos con un determinado método. Desde el punto de vista estadístico, la confianza en que un único resultado sea representativo del rendimiento general de ese análisis en el laboratorio es baja. Sin embargo, a medida que prosiga la serie de comprobaciones, las características de rendimiento del laboratorio serán más fáciles de discernir. Por otra parte, un cambio de analista, instrumento, patrón, entorno o capacitación podrá esconder una tendencia a largo plazo. Cada comprobación de la competencia ofrece sólo una "fotografía instantánea" de la situación, y es posible que una serie de comprobaciones ofrezca sólo una "película" bastante movida de los cambios en el rendimiento. Otro posible inconveniente es que la "cámara" sólo enfocará probablemente una sección limitada de la variedad de análisis realizados por el laboratorio. Esta limitación puede reducirse al mínimo eligiendo materiales de ensayo que sean fundamentales para comprobar la competencia en la aplicación de una técnica ampliamente utilizada, como por ejemplo la cromatografía de gases, la cromatografía en fase líquida de alta resolución, la espectroscopía de absorción atómica, la técnica ELISA.

A pesar de estas limitaciones, es evidente que los planes de comprobación de la competencia representan una contribución clara y positiva al programa de garantía de la calidad de un laboratorio. Las tendencias internacionales impulsarán probablemente su aceptación y empleo, de modo que lleguen a ser considerados una parte esencial de los programas de garantía de la calidad.

## 10.5 Necesidades de recursos para nuevos planes

Los planes de comprobación de la competencia en el sector alimentario requieren considerables recursos para disponer de un suministro constante de materiales de ensayo de homogeneidad y estabilidad conocidas. Su costo es prácticamente el mismo para 20 participantes que para 200; salvo en el caso de los líquidos (por ejemplo bebidas y aceite), el costo de producir los materiales de ensayo puede ser apreciable tanto en dinero como en mano de obra muy especializada. Estas consideraciones tienden a disuadir de acometer planes en pequeña escala, pero el protocolo ISO/AOAC/UIQPA hará que sea mucho más fácil estimar lo que pueden suponer estos planes y adoptar una decisión razonada sobre las ventajas relativas de incorporar un plan ya existente o tratar de ampliar su ámbito de aplicación, o de establecer uno nuevo.

## 10.6 Documentación para el programa de GC

*Gráficos en los que se indiquen las "puntuaciones" sucesivas en los planes de comprobación de la competencia aplicados en el laboratorio.*

## 10.7 Referencia

## 10.1 The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories (noviembre de 1992, ISO/REMCO N263)

(Nota : este documento será publicado por AOAC Int., probablemente en agosto de 1993.)

## 11. REGISTROS E INFORMES DE LABORATORIO

### 11.1 Principios generales

*Toda la información que tenga alguna pertinencia práctica para los materiales de ensayo y los análisis realizados con ellos deberá documentarse de modo sistemático.*

*Los registros han de permitir seguir el recorrido de un material de ensayo desde su llegada, y de cualquier información que hubiera llegado con él, en cualquier punto de su paso por el laboratorio.*

*Los registros se llevarán de modo que, si es necesario un nuevo análisis, éste pueda efectuarse en las mismas condiciones y de la misma manera que el anterior.*

*Los registros deberán conservarse y protegerse contra su uso indebido, pérdida o deterioro durante un tiempo convenido.*

*El programa de GC incluirá procedimientos para proporcionar esta documentación.*

### 11.2 Registros de recolección de muestras

La recolección de muestras no suele ser incumbencia del laboratorio de control de los alimentos, por lo que no tendrá que incluirse en su programa de GC. Sin embargo, el tema se trata en el Estudio FAO: Alimentación y Nutrición nº 41/12 (Ref. 5.1), en el que se examina la garantía de la calidad en el laboratorio microbiológico de control de los alimentos; partiendo de los principios establecidos en ese estudio, se pueden elaborar fácilmente procedimientos adecuados para el laboratorio químico.

### 11.3 Fichas de trabajo de los analistas

Las fichas de trabajo de los analistas proporcionan una relación escrita de los resultados analíticos del laboratorio. Existen diversos modelos de fichas de trabajo para los analistas, pero todas ellas reúnen los siguientes requisitos:

- Toda la información básica debe registrarse directamente en la ficha antes de dar comienzo al análisis. En cuanto disponga de la ficha, el analista pondrá en ella sus iniciales. Desde un principio se llenara el mayor número posible de espacios de la ficha.
- Todas las anotaciones serán perfectamente legibles y se escribirán con tinta indeleble.
- No se borrará ninguna anotación, ni se escribirá sobre una anterior. Si hace una anotación incorrecta, el analista la tachará, escribirá encima de ella la cifra o palabra correcta, y pondrá la fecha y sus iniciales al lado de la corrección.

- No se descartará ningún dato sin una explicación. Si es necesario descartar datos, el analista tachará la anotación, pondrá la fecha y sus iniciales, y explicará por qué se han descartado los datos originales, que deberán seguir siendo legibles.
- El método analítico exacto se referenciará claramente y de modo completo. Si el método no se ha publicado o no está regulado por un POE, se describirá íntegramente en la ficha de trabajo o en una hoja complementaria. Muchos métodos no facilitan detalles sobre la preparación del material de ensayo. Si el método citado no da detalles acerca de la preparación del material de ensayo, en la ficha de trabajo se describirá íntegramente la manera en que se han preparado el material de ensayo y la porción de ensayo (muestra analítica).
- Si el análisis se ha hecho por duplicado, tripulado, etc., se anotará el resultado de cada análisis, con un resumen de todos los resultados.
- Se empleará un número adecuado de cifras significativas. Un número de cifras mayor del que justifican las limitaciones del método da una falsa impresión de la exactitud de éste.
- Si en el análisis participa más de un analista, en la ficha de trabajo deberá constar claramente cuál de ellos rompió el precinto y cuál llevó a cabo cada fase del análisis.
- Las hojas complementarias que acompañen a la ficha de trabajo del analista irán numeradas en orden consecutivo, por ejemplo 1 de 8, 2 de 8, ... 8 de 8 páginas. En el Apéndice 11.1 se ofrece un ejemplo de ficha de trabajo del analista.
- El supervisor o la persona que éste designe como su representante comprobará si las fichas de trabajo son exactas, están completas y son coherentes con otros documentos. La persona que compruebe la ficha de trabajo será la misma que firme y ponga la fecha en esta sección. Si se descubre un error, se señalará a la atención del analista, el cual lo corregirá personalmente.
- Se indicará la fecha en la que el analista presentó la ficha de trabajo al supervisor.

El total de páginas, el número de página y el número de apéndices se indicarán al pie de la ficha de trabajo. El reverso de ésta se rellenará del modo siguiente:

- El número de la muestra se indicará en el ángulo superior derecho antes de que se efectúe ninguna anotación. Esto da la seguridad al analista de que anota los datos en la ficha adecuada (sin tener que consultar el anverso), cuando se analice más de una muestra a la vez.
- Se referenciará el método exacto empleado. Deberá indicarse toda modificación en el método de referencia, explicando sus motivos.

- Se mostrarán claramente todos los cálculos, con el número de cifras significativas utilizadas.
- En todos los pesajes, se indicarán el peso bruto, la tara y el peso neto.
- Se explicará el modo en que se realizaron las diluciones.
- Se indicará el empleo de controles y sus resultados.
- Los datos y los cálculos de cualquier anexo o apéndice se expondrán de forma resumida en el reverso de la ficha.

Para los distintos análisis específicos y los métodos instrumentales correspondientes podrán usarse varios tipos de hojas complementarias. Si en el laboratorio se utilizan además cuadernos de notas, éstos deberán tener las tapas duras y las páginas numeradas y estar encuadrados. Todas las anotaciones deberán hacerse con tinta, tachándose los errores con un solo trazo, de modo que sigan siendo legibles, y añadiendo las iniciales. Todas las anotaciones llevarán la fecha correspondiente y el final de cada día se indicará con dos rayas entre las cuales se insertará la firma del analista y la fecha.

#### **11.4 Registros de instrumentos**

Los analistas utilizan cada vez más instrumentos que facilitan una copia impresa de las mediciones realizadas. Si se toman como ejemplo los gráficos cromatográficos, éstos deberán etiquetarse claramente (número del material de ensayo, analista, fecha y otros datos necesarios para su identificación, como por ejemplo número de inyecciones replicadas) y conservarse en una secuencia lógica. Las anotaciones en el gráfico indicarán los compuestos identificados, o la región correspondiente al analito que se buscaba y que no se ha encontrado. Los cromatogramas de patrones, recuperaciones y extractos de muestras se referenciarán recíprocamente y con el libro de notas del analista responsable para que los resultados puedan comprobarse fácilmente. Las condiciones cromatográficas completas deberán especificarse en el cromatograma o ser fáciles de conocer a partir del libro de notas del analista.

Aunque los detalles de los procedimientos relativos a los productos de otros instrumentos puedan ser algo diferentes, los principios serán los mismos; también se aplicarán cuando los productos revistan la forma de señales electrónicas registradas en medios magnéticos (cintas, discos, etc.).

#### **11.5 Informes de laboratorio**

El informe de laboratorio será una versión resumida de los datos que aparecen en las fichas de trabajo y en los cuadernos de notas del laboratorio, y deberá incluir toda la información que es normalmente necesaria para que el cliente pueda utilizar los resultados. El cliente o el laboratorio podrán decidir la forma de presentación del informe, el cual comprenderá de ordinario los elementos siguientes:

Nombre y dirección del laboratorio.

Nombre y dirección del cliente.

Número de certificado/informe.

Identificación de las páginas (x de y páginas).

Detalles de la recepción de la muestra (fecha, nombre de las personas que la han entregado y recibido).

Identificación inequívoca de la muestra/material de ensayo (descripción, número de laboratorio, etc.).

Ánalisis realizados, métodos, procedimientos, desviaciones respecto de las prácticas habituales.

Preparación del material de ensayo, extracción de las porciones de ensayo.

Resultados (especificar si se expresan como producto entero, materia seca o materia grasa, cuando proceda; declarar si los resultados se han corregido para tener en cuenta la recuperación, cuando proceda).

Incertidumbre de las mediciones.

Observaciones sobre el significado de las conclusiones (si lo prevé el cliente).

Fecha del informe.

Firma de autorización.

Durante la preparación del informe al cliente, todos los resultados deberán someterse a una comprobación apropiada. La amplitud de esta comprobación será determinada por la administración del laboratorio, tras haber consultado con los clientes cuando sea oportuno, debiendo documentarse los procedimientos seguidos. Se aplicará el principio de que ningún analista está autorizado a comunicar los resultados por iniciativa propia; todos los resultados habrán de ser comprobados por un analista de alto nivel -a menudo un jefe de sección- antes de comunicarlos por medio de un informe. De este modo se mantiene la uniformidad, se centraliza la autoridad y se garantiza un grado convenido de comprobación y verificación antes de que el laboratorio se comprometa a confirmar la validez de los resultados.

La identificación de las páginas permite al cliente verificar que el informe recibido está completo, mientras que la firma autógrafa de autorización confirma que el informe es un documento original.

Estos procedimientos han de aplicarse a los resultados de todos los materiales de ensayo, incluidos los materiales utilizados en planes de comprobación de la competencia, dado que su finalidad es evaluar la validez de los resultados normalmente notificados por el laboratorio.

## 11.6 Conservación de los registros del laboratorio

La sucesión de registros debe ofrecer una documentación ininterrumpida y sin discrepancias entre sus diversos elementos que permita disponer de un historial claro, exacto e indiscutible del material de ensayo.

Todos los registros de muestras, fichas de trabajo, informes y documentos anexos deberán conservarse durante un período determinado por la administración, en consulta con los clientes, y documentado. Este período será normalmente de 5 años, considerándose éste el tiempo máximo durante el cual puede ser razonable pedir un nuevo examen de la validez de cualquier resultado, aunque en algunos casos este período se especifica en la legislación nacional. El trabajo con algunas sustancias especialmente peligrosas suscita preocupaciones especiales cuando se sabe que los efectos notivos son muy duraderos; en tales casos puede estipularse la conservación de una serie limitada de documentos incluso durante 30 años.

La conservación de este tipo de material se ajustará a las normas habituales de archivo por lo que concierne a indización, trazabilidad, seguridad, grado de protección apropiado contra el fraude o la falsificación, y contra los daños causados por incendios, inundaciones, etc. Será necesario guardar copias de reserva de todos los registros conservados en forma de señales electrónicas en medios magnéticos, los cuales se renovarán a intervalos adecuados.

Deberán registrarse las fechas y firmas de las personas que retiran y devuelven los documentos conservados.

## 11.7 Documentación para el programa de GC

*Ficha de trabajo del analista*

*Apéndice 11.1*

*Informe de laboratorio*

*Procedimientos relativos a la comprobación de los resultados*

*Procedimientos relativos a la autorización del informe*

*Período de conservación de los documentos*

*Procedimientos relativos al archivo y eliminación de los documentos*



## 12. GARANTIA DE LA CALIDAD, AUDITORIAS Y ACREDITACION

### 12.1 Principios generales

*El Manual de Garantía de la Calidad establece las políticas que ha de aplicar el laboratorio en relación con la calidad de sus productos y describe los procedimientos generales que ha de adoptar para ejecutar dichas políticas.*

*Las auditorías de la calidad tienen como finalidad proporcionar una valoración independiente y objetiva del grado en que esos procedimientos se utilizan y son eficaces.*

### 12.2 Manual de garantía de la calidad

El programa de GC para un laboratorio abarca todas las políticas y actividades que pueden influir en la calidad de sus productos. En capítulos anteriores del presente libro se han examinado los principales componentes de este programa y se ha indicado la documentación que requiere cada uno de esos componentes. El objetivo es disponer de registros suficientes de qué se ha hecho, cómo se ha hecho y quién lo ha hecho, y de cómo tener la confianza de que se ha hecho. Esta documentación en su conjunto proporciona los ingredientes para el Manual de Garantía de la Calidad. Estos ingredientes se indicaron en el Capítulo 2 y se han examinado en capítulos posteriores. El contenido detallado del Manual de Garantía de la Calidad (y de todos los documentos a los que hace referencia) refleja el carácter del trabajo realizado y el modo en que el laboratorio lo realiza. Es muy probable que uno y otro cambien en el curso del tiempo, lo que hará necesario revisar algunos componentes del Manual de GC. Por consiguiente, el Manual debe incluir procedimientos relativos a su propia revisión y a la documentación de esta revisión. A menudo se utiliza a este efecto un encuadernador de hojas sueltas en el que se numera cada sección, se identifican las páginas de cada sección (x de y páginas) y se anota el número y la fecha de publicación de cada página. De este modo se asegura la posibilidad de comprobar que el Manual está completo y actualizado y se dispone de un medio para determinar en el futuro las instrucciones vigentes en una fecha dada.

### 12.3 Auditorías

Cada administrador tiene la obligación de garantizar diariamente que se aplican los procedimientos consignados en el Manual. Esto debe verificarse por dos razones principales. En primer lugar, un principio básico de un buen sistema de GC es que incluya un mecanismo para detectar el incumplimiento de sus normas. En segundo lugar, es casi inevitable que durante un cierto período de tiempo se produzcan ajustes de poca importancia en las prácticas de trabajo y en las necesidades de la dirección, los cuales aunque aisladamente sean insignificantes pueden acumularse hasta provocar un fallo en el sistema de GC. Por estos motivos es necesario incluir un mecanismo para comprobar el sistema de GC y su aplicación. En los grandes laboratorios, esta comprobación suele estar a cargo de un miembro de la unidad de GC. En los laboratorios más pequeños, puede ser el Director de GC quien realice la auditoría. Cuando el Director de GC sea también responsable de un sector de actividad del laboratorio -como sucede a menudo en los pequeños laboratorios-, es necesario tomar las medidas oportunas para que otro miembro del personal de una categoría adecuada lleve a cabo una auditoría del sector de actividad del propio Director de GC en el laboratorio. Es

preciso que sus funciones en el ámbito de la GC sean comprobadas por alguien con experiencia, que de ser posible no sea el jefe del laboratorio ni el administrador principal al que debe rendir cuentas de su labor de GC.

Las auditorías de GC pueden realizarse de diversos modos, cada uno de los cuales es válido pero no suficiente por sí solo. La audición se centrará a menudo en uno de los aspectos, pero es necesario que en el curso de un período de tiempo se cubran todos ellos. En el Manual de GC se especificará la frecuencia mínima de las auditorías: se suele considerar adecuado llevarlas a cabo de dos a cuatro veces al año. Estas auditorías se comunicarán normalmente con antelación, pero podrán realizarse comprobaciones sin previo aviso.

#### 12.3.1 Auditorías de los trabajos en curso y retrospectivas

En una auditoría de los trabajos en curso, el auditor elegirá un determinado material de ensayo y pedirá que se le permita seguir su recorrido a través del laboratorio, desde su llegada hasta el informe, o a través de ciertos aspectos de éste. Cuando los procedimientos analíticos duran más de un día, el auditor podrá pedir que le muestren los materiales de ensayo en cada una de las fases que interesan. El auditor observará qué se hace y cómo se hace, y lo comparará con lo que está estipulado en el Manual de GC (y en los documentos auxiliares), indicando tanto las posibles desviaciones en la práctica como las posibles deficiencias en los procedimientos.

Por el contrario, en una auditoría "retrospectiva", el auditor seleccionará un determinado producto en el registro de llegada de las muestras (o en el registro de salida del laboratorio) y pedirá que le muestren toda la documentación relacionada con ese material de ensayo, buscando datos que prueben la integridad y trazabilidad del material de ensayo y comprobando que el resultado notificado es la única conclusión correcta a la que podía llegarse sobre la base de los detalles registrados. Además de examinar los registros de los experimentos, comprobará que todo el equipo utilizado en el análisis estaba en buen estado de funcionamiento, que se supiera, y debidamente calibrado en ese momento.

#### 12.3.2 Auditorías verticales y horizontales

En una auditoría horizontal, se seleccionará un elemento particular del programa de GC y se examinarán los registros pertinentes en todo el laboratorio. Los elementos que pueden seleccionarse son los siguientes:

Fichas de registro de capacitación	Documentación de métodos
Fichas de registro de equipo	Identificación de material de ensayo
Procedimientos de calibración	Informes de ensayo

En una auditoría vertical, se pedirá material de reserva proveniente de uno o más materiales de ensayo ya analizados, se cambiarán las identificaciones y se solicitará al analista que repita el análisis. Si es posible, esto se hará sin que el analista esté informado de la auditoría. El auditor comparará los resultados con los obtenidos anteriormente.

### 12.3.3 Informe de auditoría y seguimiento

El informe del auditor se basará en los hechos y evitará comentarios y observaciones subjetivas. No bastará con decir que "la limpieza era deficiente"; habrá que dar ejemplos concretos. El informe irá dirigido al jefe de sección (y a otras personas, si así se especifica en el Manual de GC) y al Director de GC. Este último comprobará si se han adoptado medidas correctivas en el plazo estipulado. Si la situación es tal que afecta seriamente a la confianza en los resultados, el Director de GC deberá informar inmediatamente al jefe del laboratorio. En casos extremos, el jefe del laboratorio interrumpirá las actividades en el sector afectado hasta que se haya demostrado la eficacia de las medidas correctivas, e informará a los clientes de la posibilidad de que los resultados ya notificados no sean fiables.

### 12.4 Examen periódico

El propio sistema de GC -su ámbito de aplicación, funciones, estructura y resultados- deberá examinarse periódicamente. Un examen anual será probablemente suficiente para un programa funcional consolidado. El examen constituirá normalmente una tarea interna de la administración y será realizado por el Director de GC junto con personal directivo superior del laboratorio.

### 12.5 Acreditación

Existen en el mundo muchos planes de acreditación aplicados por entidades oficiales, organismos profesionales u otras organizaciones, habitualmente de alcance nacional o internacional. Estas entidades confieren un reconocimiento oficial de que un laboratorio es competente para llevar a cabo ensayos específicos (o tipos específicos de ensayos). A menudo un plan, obligatorio o voluntario, se aplica a un país, una región, una industria o un sector técnico en particular. A los laboratorios que participan en él se les exige que cumplan ciertos requisitos, y el organismo acreditador lleva a cabo evaluaciones para asegurar ese cumplimiento. La Organización Internacional de Normalización ha establecido en la Guía ISO 25 (1) unas directrices para evaluar la competencia de los laboratorios de ensayo que posteriormente han sido ampliadas por otras organizaciones, por ejemplo en la serie de normas UNE 45000. Las evaluaciones estarán a cargo de evaluadores profesionales, que de ordinario serán especialistas en la misma disciplina que el laboratorio y habrán seguido un curso sobre evaluación de laboratorios.

La acreditación comprende por lo general tres elementos fundamentales:

- preparación de un Manual de GC en el que se documenten la política, sistema y procedimientos de GC del laboratorio;
- visitas periódicas de los evaluadores, y
- participación en programas adecuados de comprobación de la competencia.

Para conseguir y mantener la acreditación, el laboratorio deberá cumplir los requisitos exigidos por el organismo acreditador con respecto a los tres elementos. A menudo se concede más importancia al hecho de asegurar una buena infraestructura técnica y

administrativa en relación con la calidad que a la vigilancia estricta del grado de competencia científica y técnica alcanzado. Esta última cuestión tiene que ver con la "idoneidad para el fin" que habrá de convenirse entre el laboratorio y el cliente, mientras que la primera se refiere a la confianza en los datos proporcionados.

Los programas de acreditación de laboratorios ofrecen varias ventajas:

- aumento de la fiabilidad de los resultados analíticos;
- economías financieras, dado que los resultados de un laboratorio pueden ser aceptados por otro sin el tiempo y el gasto suplementarios que entrañan los nuevos ensayos;
- aumento de la credibilidad, el reconocimiento y la categoría de los laboratorios aprobados;
- retroinformación a los grupos que preparan normas sobre la idoneidad de los métodos de ensayo, lo que puede redundar a su vez en un perfeccionamiento ulterior de los métodos de análisis.

## 12.6 Documentación para el programa de GC

*Manual de garantía de la calidad*

*Apéndice 2.1*

*Procedimientos relativos a la auditoría*

- disposiciones generales
- labor de los administradores de GC
- informe y seguimiento

*Procedimiento relativo al examen periódico del programa de GC*

## 12.7 Referencia

12.1 Guía ISO 25, "General requirements for the competence of calibration and testing laboratories" (3<sup>a</sup> edición, 1990). International Organisation for Standardisation, Geneva, Switzerland.

## LISTA DE APENDICES

Apéndice 2.1

- 1.1 Declaración de objetivos del laboratorio (ejemplo)
- 2.1 Elementos del laboratorio cuya inclusión ha de preverse en el Manual de GC (ejemplo)
- 2.2 Portada e índice del Manual de GC (ejemplo)
- 2.3 Página revisada de un Manual de GC (ejemplo)
- 4.1 Estructura administrativa del laboratorio (ejemplo)
- 4.2 Relaciones entre el laboratorio y otras organizaciones (ejemplo)
- 5.1 Registro de muestras: identificación del material de ensayo (ejemplo)
- 5.2 Diagrama de análisis de una muestra (ejemplo)
- 5.3 Almacenamiento de materiales de ensayo (alimentos)
- 6.1 Lista del equipo utilizado en un análisis de "calidad garantizada" (ejemplo)
- 6.2 Registro de la procedencia del equipo y la autorización para utilizarlo (ejemplo)
- 6.3 Registro de las inspecciones y defectos del equipo (ejemplo)
- 6.4 Aviso para equipo defectuoso (ejemplo)
- 6.5 Mantenimiento del equipo utilizado habitualmente en el laboratorio (incluidas comprobaciones del funcionamiento y calibraciones)
- 7.1.1 Procedimiento operativo estándar (POE) para un análisis químico (ejemplo)
- 7.1.2 Portada e índice de un POE (ejemplo)
- 7.2 Gráfico de control de análisis (ejemplo)
- 7.3.1 Autorización para utilizar un POE (ejemplo)
- 7.3.2 Autorización para realizar análisis (ejemplo)
- 9.1 Proveedores de MRC y patrones
- 10.1 Planes de comprobación de la competencia: Indice del Protocolo armonizado conjunto ISO/AOAC International/UIQPA
- 11.1 Ejemplo de ficha de trabajo del analista

**Declaración de objetivos del laboratorio (ejemplo)****SECCION 1**

LABORATORIO X	HOJA:	1 DE 1
MANUAL DE CALIDAD MC1	Nº DE	1
POLITICA DE CALIDAD	PUBLICACION:	
	FECHA DE	
I	PUBLICACION:	14 OCT. 1991
	PUBLICADO POR:	A. PEREZ

**1.1 DECLARACION DE LA POLITICA DE CALIDAD**

- 1.1.1 La política general del Laboratorio X consiste en alcanzar unos niveles de análisis que satisfagan los requisitos de su patrocinador y mantener esa calidad en todos los aspectos de todos los análisis y procedimientos que se realicen o hayan de realizarse en el laboratorio con objeto de asesorar al Gobierno (o a otros órganos encargados de formular la política del Gobierno) sobre el análisis químico y físico y el examen microbiológico de los alimentos, así como asegurar el cumplimiento de toda la legislación alimentaria pertinente.
- 1.1.2 En el Manual de Calidad MC1 del Laboratorio X se regula la organización del laboratorio en lo que respecta a la calidad. Incumbe al Jefe del Laboratorio velar por la aplicación de este Manual.
- 1.1.3 En otros Manuales de Calidad se regula la organización de diversos aspectos de las actividades del laboratorio en lo que respecta a la calidad. Estos manuales se enumeran a continuación, junto con el nombre de las personas encargadas de velar por su aplicación:

MANUAL DE CALIDAD	REFERENCIA	RESPONSABLE DE LA APLICACION
ANALISIS DE METALES	MA1	A. LOPEZ
ANALISIS VOLUMETRICO	MA2	A. GOMEZ

- 1.1.4 Todo el personal que trabaje con procedimientos analíticos o que esté asociado con éstos deberá familiarizarse con el contenido de los Manuales de Calidad y observar en todo momento las políticas y procedimientos que se establecen en ellos y en los documentos correspondientes.

### Elementos cuya inclusión ha de preverse en el programa de GC (ejemplo)

El National Institute for Occupational Safety and Health de los Estados Unidos (1) ha indicado más de 20 elementos que pueden incluirse en un programa de garantía de la calidad:

- Declaración de objetivos del laboratorio
- Declaraciones de políticas
- Organización
- Planificación de la calidad
- Procedimientos operativos estándar
- Mantenimiento de registros
- Cadena de procedimientos de custodia
- Medidas correctivas
- Capacitación en calidad
- Control de documentos
- Calibración de instrumentos
- Mantenimiento preventivo
- Reactivos y patrones de referencia
- Adquisición y control
- Identificación y control de muestras
- Ánalisis y control de laboratorio
- Programas de comprobación entre laboratorios y dentro de éstos
- Manipulación, almacenamiento y entrega de muestras
- Control estadístico de calidad
- Validación de datos
- Auditoría de sistemas

Ref. 1: Specification for Industrial Hygiene Laboratory Quality Program Requirements, 1976, National Institute of Occupational Safety and Health, Cincinnati, Ohio, USA.

## Portada e Indice del Manual de GC (ejemplo)

Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación

Dirección de Inocuidad de los Alimentos

POLÍTICA DE CALIDAD

PUBLICACIONES DE INOCUIDAD

FECHA DE PUBLICACION

PUBLICACIONES DE INOCUIDAD

### MANUAL DE CALIDAD (MC1)

para el

LABORATORIO DE BROMATOLOGIA

El presente Manual se publica bajo la responsabilidad de:

J. GARCIA  
Director  
del Laboratorio de Bromatología

Nº DE PUBLICACION: 2

SOLO PARA FINES  
INFORMATIVOS

Nº DEL EJEMPLAR: 002

DISTRIBUIDO A: A. FERNANDEZ

PUBLICADO POR: A. FERNANDEZ

FECHA DE PUBLICACION: 17 DE JUNIO DE 1992

MAFF  
Colney  
Norwich NR4 7UQ

LABORATORIO DE BROMATOLOGIA	INDICE
MANUAL DE CALIDAD MC1	HOJA 1 DE 1
INDICE DEL MANUAL MC1	N° DE PUBLICACION: 1
	FECHA DE PUBLICACION: 14 DE OCTUBRE DE 1991
	PUBLICADO POR: A. FERNANDEZ

## SECCION

- 1 POLITICA DE CALIDAD
  - 2 SISTEMA DE CALIDAD
  - 3 ORGANIZACION Y ADMINISTRACION
  - 4 AUDITORIA Y EXAMEN DEL SISTEMA DE CALIDAD
  - 5 EQUIPO
  - 6 CALIBRACION Y TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES
  - 7 METODOS DE ENSAYO Y PROCEDIMIENTOS
  - 8 LOCALES Y ENTORNO DEL LABORATORIO
  - 9 MANIPULACION DE MATERIALES DE ENSAYO
  - 10 REGISTROS
  - 11 INFORMES DE ENSAYOS
  - 12 TRAMITACION DE LAS RECLAMACIONES
  - 13 SUBCONTRATACION
  - 14 SERVICIOS AUXILIARES Y SUMINISTROS EXTERNOS
  - 15 SEGURIDAD DEL LUGAR
- LISTA DE APENDICES 1-13

## Página revisada de un Manual de GC (ejemplo)

## EJEMPLO DE UN REGISTRO DE ENMIENDAS AL MANUAL DE CALIDAD

Nº de enmienda: 77 Página 1 de 2

Fecha de publicación: 12/11/91

Sección del Laboratorio: PLAGUICIDAS

Nº de Manual: 1027

Nº de Sala: C.504

Firma del Director de Calidad: \_\_\_\_\_

Fecha de la firma: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

SUPRIMIR

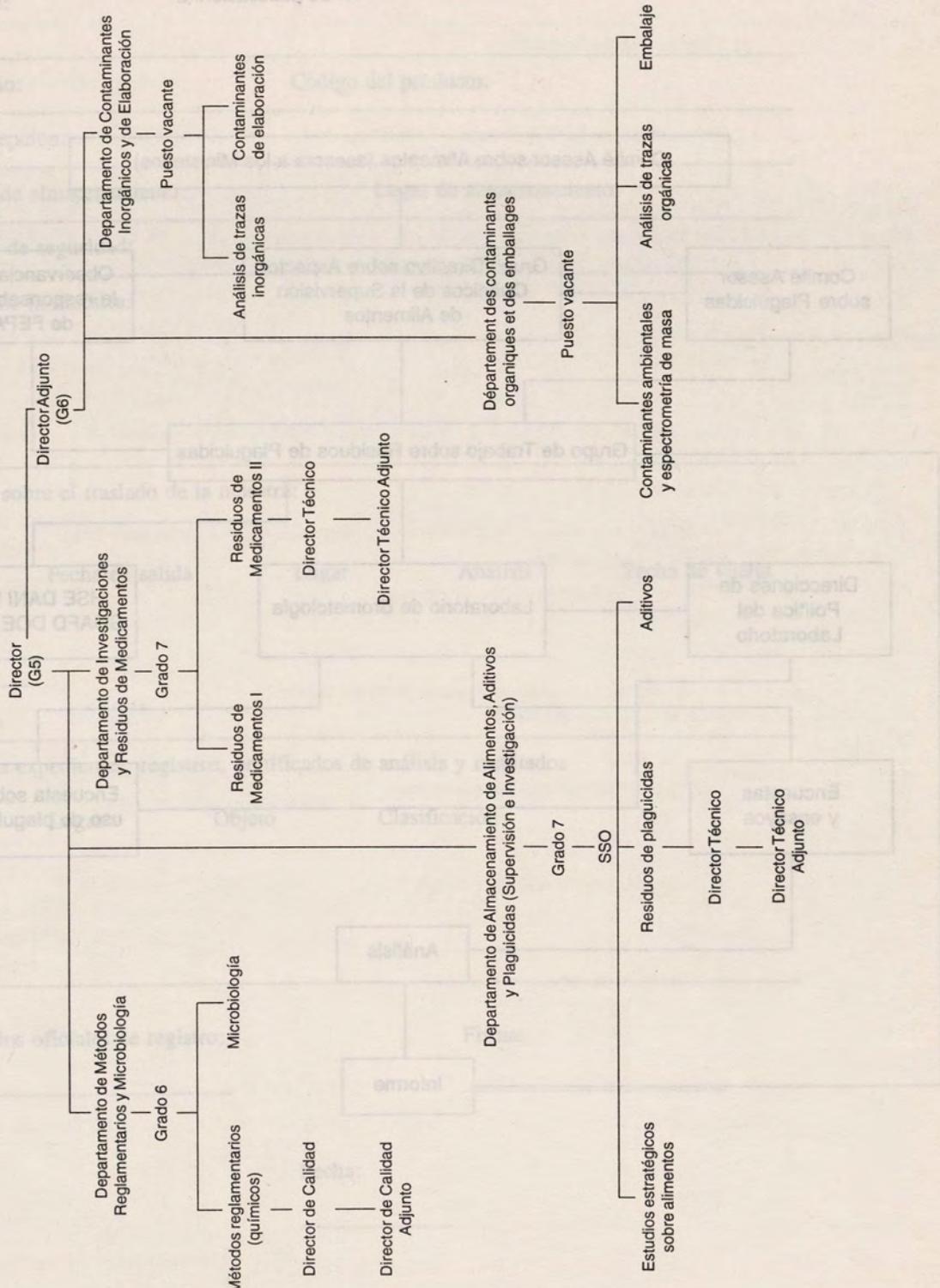
SECCION	Nº DE PAGINA	FECHA DE LA ULTIMA ENMIENDA
I	5 y 6	3 de mayo de 1991
II	27	1º de noviembre de 1990

AÑADIR

SECCION	Nº DE PAGINA	FECHA DE LA ULTIMA ENMIENDA
I	5 y 6	13 de noviembre de 1991
II	27	13 de noviembre de 1991

## Estructura administrativa del laboratorio (ejemplo)

FECHA DE PUBLICACION: 17 DE JUNIO DE 1992  
Nº DE PUBLICACION: 3  
PUBLICADO POR:



## Relaciones entre el laboratorio y otras organizaciones (ejemplo)

Fecha de publicación: 8 de noviembre de 1991

Publicado por:

Nº de publicación: 2

Nº de enmienda:

77

Fecha de publicación:

Comité Asesor sobre Alimentos (asesora a los Ministerios)

Comité Asesor sobre Plaguicidas

Grupo Directivo sobre Aspectos Químicos de la Supervisión de Alimentos

Observancia bajo la responsabilidad de FEPA

Grupo de Trabajo sobre Residuos de Plaguicidas

Direcciones de Política del Laboratorio

Laboratorio de Bromatología

HSE DANI DTI SOAFD DOE DOH

Encuestas y ensayos

Encuesta sobre el uso de plaguicidas

Análisis

Informe

## Registro de muestras (ejemplo)

### EJEMPLO DE REGISTRO DE MUESTRAS

#### PRODUCTO:

Nº laboratorio: \_\_\_\_\_ Código del producto: \_\_\_\_\_

Fecha de recepción: \_\_\_\_\_

Condiciones de almacenamiento: \_\_\_\_\_ Lugar de almacenamiento: \_\_\_\_\_

Clasificación de seguridad: \_\_\_\_\_

Descripción de la muestra: \_\_\_\_\_

Información sobre el traslado de la muestra:

Nombre	Fecha de salida	Lugar	Análisis	Fecha de vuelta
Té				
Té instantáneo				
Productos de confitería				

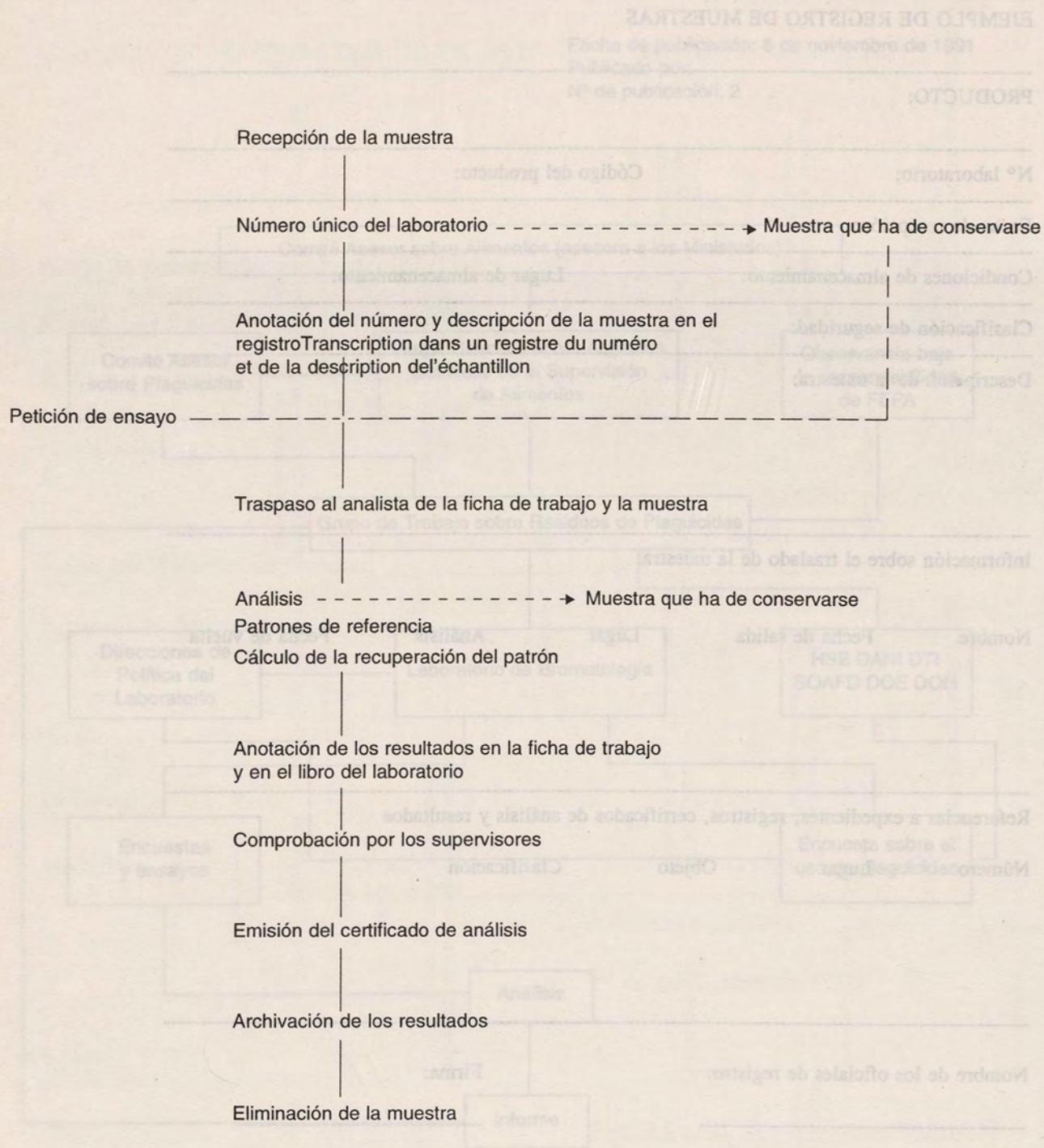
Referencias a expedientes, registros, certificados de análisis y resultados

Número	Lugar	Objeto	Clasificación
Jamones y melazas			
Miel			
Azúcar, líquido			
Azúcar, seco			

Nombre de los oficiales de registro: \_\_\_\_\_ Firma: \_\_\_\_\_

Fecha: \_\_\_\_\_

## Recepción Diagrama de análisis de una muestra (ejemplo)



Almacenamiento de materiales de ensayo (alimentos)<sup>1</sup>

Alimento	Almacenamiento
----------	----------------

Productos de panadería

Pan, panecillos y bollos listos para comer	Congelación
Pan, panecillos y bollos sin cocer, refrigerados o congelados	Congelación
Productos de pastelería, congelados	Congelación
Tartas listas para comer	Congelación
Masa refrigerada o congelada	Congelación
Galletas y bizcochos	Congelación
Otros productos de panificación	Congelación
Pasteles rellenos de crema o de nata	Congelación

Bebidas y materias para la preparación de bebidas

Agua	Refrigeración
Bebidas no alcohólicas	Refrigeración
Café instantáneo	Refrigeración
Granos de café	Refrigeración
Té	Refrigeración
Té instantáneo	Refrigeración

Productos de confitería

Chocolate y productos de cacao	Refrigeración
Azúcar cande y productos de confitería	Refrigeración
Goma de mascar	Temperatura ambiente
Jarabes y melazas	Refrigeración
Miel	Refrigeración
Azúcar, líquido	Congelación
Azúcar, seco	Congelación

Productos lácteos

Mantequilla	Refrigeración
Productos de mantequilla (aceite de mantequilla)	Refrigeración

<sup>1</sup> Basado en Ref. 5.1.

---

**Alimento****Almacenamiento**

---

**Productos lácteos**

Nata	Refrigeración
Queso	Congelación
Productos de queso	Congelación
Leche entera fluida	Congelación
Productos de leche fluida	Refrigeración
Productos de leche líquida concentrada	Congelación
Sucedáneos de productos lácteos	Congelación
Leche entera en polvo	Temperatura ambiente
Leche desgrasada en polvo	Temperatura ambiente
Caseína	Temperatura ambiente
Helados	Congelación
Leche helada	Congelación
Polos y sorbetes	Congelación
Mezclas de helados	Congelación
Mezclas de leche helada	Congelación

**Huevos y sus productos**

Huevos y sus productos, líquidos y congelados	Congelación
Huevos y sus productos, en polvo	Temperatura ambiente
Huevos con cáscara	Refrigeración

**Pescados, mariscos y crustáceos**

Pescado congelado	Congelación
Pescado fresco	Congelación
Pescado en lata	Refrigeración
Pescado seco	Congelación
Otros productos de pescado (pasta, huevas)	Congelación
Mariscos congelados	Congelación
Mariscos frescos	Congelación
Mariscos en lata	Refrigeración
Mariscos secos	Congelación
Productos del mar (tartas de cangrejo, ensaladas de mariscos)	Congelación
Ancas de rana	Congelación
Pescado ahumado	Congelación
Marisco ahumado	Congelación
Crustáceos ahumados	Congelación

Harina y productos farináceos

Macarrones y otras pastas	Temperatura ambiente
Fideos	Temperatura ambiente
Galletas saladas, patatas fritas y alimentos especiales	Temperatura ambiente
Harina	Temperatura ambiente
Harina de maíz	Temperatura ambiente
Mezclas preparadas con leche y huevos en polvo	Temperatura ambiente

Frutas, jugos de fruta y sus productos

Frutas frescas	Refrigeración
Frutas congeladas	Congelación
Frutas en lata	Refrigeración
Frutos secos	Refrigeración
Jugos de fruta	Refrigeración
Jugos de fruta congelados	Congelación
Mermeladas, jaleas, conservas de fruta y pastas	Refrigeración
Pasta de higos	Refrigeración
Aceitunas	Refrigeración

Cereales y sus productos

Cereales para desayuno	Temperatura ambiente
Granos y habas enteros	Refrigeración
Arroz	Temperatura ambiente
Gachas de avena	Temperatura ambiente

Alimentos para niños de pecho

Cereales para niños de pecho	Refrigeración
Alimentos lácteos deshidratados para niños de pecho	Refrigeración
Alimentos lácteos líquidos para niños de pecho	Refrigeración
Alimentos envasados para niños de pecho	Refrigeración

Carnes y aves de corral

Carne y productos cárnicos	Congelación
Aves de corral y sus productos	Congelación

Subproductos varios

Subproductos de animales sacrificados (harina de hueso)	Refrigeración
Subproductos marinos y de pescado (harina de pescado)	Refrigeración
Subproductos de aves de corral	Congelación
Subproductos de frutas y hortalizas	Refrigeración/congelación
Subproductos lácteos	Refrigeración
Subproductos de cereales	Refrigeración

Nueces y sus productos

Nueces	Refrigeración
Productos de la nuez	Refrigeración

Alimentos para animales domésticos y piensos

Piensos, secos	Refrigeración
Piensos, húmedos	Congelación
Piensos en lata	Refrigeración
Alimentos secos para animales domésticos	Refrigeración
Alimentos húmedos para animales domésticos	Congelación
Alimentos en lata para animales domésticos	Refrigeración

Alimentos elaborados y preparados

Mezclas para postre, secas	Temperatura ambiente
Mezclas para budín, secas	Temperatura ambiente
Comidas completas congeladas	Congelación
Comidas completas en lata	Refrigeración
Ensaladas preparadas	Congelación
Sopas en lata	Refrigeración
Comidas completas deshidratadas	Refrigeración
Gelatina (seca)	Temperatura ambiente
Levadura (seca)	Temperatura ambiente

Especias, aromas y condimentos

Especias enteras	Temperatura ambiente
Especias molturadas	Temperatura ambiente
Especias mezcladas	Temperatura ambiente
Extractos y aromas	Refrigeración
Aceites esenciales	Refrigeración
Materias primas para extractos	Refrigeración

Especias, aromas y condimentos

Aliño para ensaladas

Refrigeración

Mezcla seca de aliño para ensaladas

Refrigeración

Otros condimentos

Refrigeración

Hortalizas y sus productos

Hortalizas frescas

Congelación

Hortalizas congeladas

Congelación

Hortalizas en lata

Refrigeración

Hortalizas secas

Temperatura ambiente

Hortalizas en salmuera

Refrigeración

Aceites vegetales

Refrigeración

Las temperaturas de almacenamiento serán las siguientes: temperatura ambiente, de 20° a 23°C; refrigeración, de 2° a 5°C; congelación, de -18° a -22°C.

**Lista del equipo utilizado en un análisis  
de "calidad garantizada" (ejemplo)**

SECCION 5 DEL MANUAL MC2  
PUBLICACION N° 3

HOJA 1 DE 2  
PUBLICADO POR A. FERNANDEZ

LISTA DEL EQUIPO PRINCIPAL  
DEPARTAMENTO DE MEDICAMENTOS VETERINARIOS  
FECHA PUBLICACION: 11.11.1992

Nº	Equipo	Proveedor	Nº serie	Responsable
51	automuestreador, Gilson 231	Anachem	125571	D. Andrés
13	automuestreador, WISP 710B	Waters	710B-05374	D. Andrés
19	automuestreador, WISP 712	Wapers	712-006986	D. Andrés
3	automuestreador, WISP 712	Waters	712-003572	D. Andrés
8	automuestreador, WISP 712	Waters	712-005730	D. Andrés
16	automuestreador, WISP 710B	Waters	710B-04021	D. Andrés
39/2	balanza analítica 4 plazas	Sartorius	37120106	R. Sastre
39/1	balanza universal 2 cif.sup.	Sartorius	37030043	R. Sastre
38/3	balanza 2 plazas, P 120	Metler	314225	R. Sastre
38/1	balanza 2 plazas, P 1200	Metler	314601	R. Sastre
38/2	balanza 2 plazas, P 1200	Metler	307111	R. Sastre
56	det. fluorescencia, FD 300	Spectrovision	89F3136	L. Gómez
55	det. fluorescencia, HP 1046	Hewlett Packard	2702G01241	L. Gómez
6	det. fluorescencia, LS4	Perkin Elmer	821445	L. Gómez
40	det. fluorescencia, PU 4027	Phillips	reparación	L. Gómez
23	cromatógrafo gases HRGC 5300	Carlo Erba	227293	S. Tomás
49	bomba HPLC, Gilson 307	Anachem	12557	J. Miró
1	bomba HPLC, 2150	LKB	3676	J. Miró
5	bomba HPLC, 2150	LKB	5458	J. Miró
10	bomba HPLC, 2150	LKB	9001/8501/07157	J. Miró
27	bomba HPLC, 2150	LKB	5045	J. Miró
28	bomba HPLC, 2150	LKB	3621	J. Miró
29	bomba HPLC, 2150	LKB	9001/8501/07203	J. Miró
50	bomba HPLC, 2150	LKB	80/1305/45/0265	J. Miró
17	bomba HPLC, 590	Waters	590-005376	J. Miró
15	integrador, Chromjet ch1	Spectra Physics	SP 030 04776	J. Miró
9	integrador, Chromjet ch2	Spectra Physics	SP 020 04514	J. Miró
4	integrador 4290	Spectra Physics	SP 126 5455 120	J. Miró
12	integrador 4290	Spectra Physics	SP 027 5052 120	J. Miró
20	integrador 4290	Spectra Physics	SP 027 5812 020	J. Miró
41	integrador 4290	Spectra Physics	SP 126 5416 020	J. Miró
42	integrador, Chromjet ch1	Spectra Physics	SP 020 04513	J. Miró
52	integrador, Chromjet ch1	Spectra Physics	SP 100 07309	J. Miró
53	integrador, Chromjet ch1	Spectra Physics	SP 100 07308	J. Miró
14	cromatógrafo líquidos 1090	Hewlett Packard	2836G02656	M. Sáez
54	detector selectivo masas	Hewlett Packard	3050A01866	S. Tomás
25	medidor pH AGB 2000	CSI	10692	R. Sastre
26	medidor pH modelo 292	Pye Unicam	167431	R. Sastre

LISTA DEL EQUIPO PRINCIPAL  
DEPARTAMENTO DE MEDICAMENTOS VETERINARIOS  
FECHA PUBLICACIÓN: 11.11.1992

Nº	Equipo	Proveedor	Nº serie	Responsable
44/5	micropipeta (Gilson), F500	Anachem	J-79-10049	R. Sastre
44/7	micropipeta (Gilson), F500	Anachem	J-79-10049	R. Sastre
44/1	micropipeta (Gilson), P100	Anachem	D12550M	R. Sastre
44/13	micropipeta (Gilson), P100	Anachem	D12549W	R. Sastre
44/3	micropipeta (Gilson), P1000	Anachem	E24437L	R. Sastre
44/4	micropipeta (Gilson), P1000	Anachem	M-84-12157	R. Sastre
44/8	micropipeta (Gilson), P1000	Anachem	G-81-19963	R. Sastre
44/10	micropipeta (Gilson), P1000	Anachem	D12200A	R. Sastre
44/14	micropipeta (Gilson), P1000	Anachem	M-81-10000	R. Sastre
44/20	micropipeta (Gilson), P1000	Anachem	C17541B	R. Sastre
44/9	micropipeta (Gilson), P200	Anachem	C13532N	R. Sastre
44/12	micropipeta (Gilson), P20	Anachem	C29909L	R. Sastre
44/17	micropipeta (Gilson), P20	Anachem	A-80-15398	R. Sastre
44/18	micropipeta (Gilson), P20	Anachem	M-80-13665	R. Sastre
44/2	micropipeta (Gilson), P200	Anachem	C13536N	R. Sastre
44/15	micropipeta (Gilson), P200	Anachem	D-82-12290	R. Sastre
44/16	micropipeta (Gilson), P200	Anachem	C19322B	R. Sastre
44/19	micropipeta (Gilson), P200	Anachem	C11595N	R. Sastre
44/6	micropipeta (Gilson), P5000	Anachem	E-81-19101	R. Sastre
44/11	micropipeta (Gilson), P5000	Anachem	E18212R	R. Sastre
44/21	micropipeta (Gilson), P5000	Anachem	H18430J	R. Sastre
46	det. absorbancia UV, AB 759A	Anachem(Gilson)	No disponible	L. Gómez
48	det. absorbancia UV, LCUV	Pye Unicam	294718	L. Gómez
11	det. absorbancia UV, SA6504	Severn Analytical	800698	L. Gómez
45	det. absorbancia UV, SA6504	Severn Analytical	800267	L. Gómez
2	det. absorbancia UV, SA6510	Severn Analytical	3030115	L. Gómez
7	det. absorbancia UV, SA6510	Severn Analytical	3033	L. Gómez
43	det. absorbancia UV, SA6510	Severn Analytical	3035	L. Gómez
47	det. absorbancia UV, Spec.100	Spectra Physics	02192	L. Gómez
18	det. absorbancia UV, 484	Waters	484-PRB 611	L. Gómez

**Registro de la procedencia del equipo y la autorización para utilizarlo (ejemplo)****FICHA DE REGISTRO DEL EQUIPO****FICHA 1**

Nº referencia:  
(publicado por el  
Director de Calidad)

Departamento:  
Medicamentos Veterinarios

Proyecto: \_\_\_\_\_  
[MAYUSCULAS]

Nombre del Director del proyecto técnico: Dr./Sr./Sra./Srta.: R. GARCIA

Nombre de la persona designada por el Director Técnico responsable general de este elemento del equipo y de asegurar que las fichas I-IV en que se describe el equipo están actualizadas:

Dr./Sr./Sra./Srta.: \_\_\_\_\_  
[MAYUSCULAS]

Nombre del elemento del equipo: \_\_\_\_\_  
[MAYUSCULAS]

Nombre del fabricante: \_\_\_\_\_  
[MAYUSCULAS]

Nº modelo: Nº serie: \_\_\_\_\_ Nº lista existencias: \_\_\_\_\_

Fecha en que se recibió el equipo: \_\_\_\_\_

Condiciones de recepción: nuevo/usado/rehabilitado/prestado

Fecha en que empezó a funcionar el equipo: \_\_\_\_\_

Emplazamiento actual: Nº lab.: \_\_\_\_\_ Nº banco: \_\_\_\_\_

Emplazamiento de las instrucciones de empleo del fabricante:

\_\_\_\_\_  
[MAYUSCULAS]

Nombres de los empleados autorizados para utilizar el equipo:

1) \_\_\_\_\_ 2) \_\_\_\_\_ 3) \_\_\_\_\_

4) \_\_\_\_\_ 5) \_\_\_\_\_ 6) \_\_\_\_\_

7) \_\_\_\_\_ 8) \_\_\_\_\_ 9) \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
[MAYUSCULAS]

## **EMPLEADOS AUTORIZADOS PARA UTILIZAR EL EQUIPO**

Nº de expediente \_\_\_\_\_

### Códigos de autorización:

**Nombre del empleado**

Autorizado por

Fecha

## Comentarios

## FICHA DE REGISTRO DEL EQUIPO

## FICHA II

Nº referencia:  
(publicado por el  
Director de Calidad)

Nombre del elemento del equipo: \_\_\_\_\_  
[MAYUSCULAS]

Nº lista de existencias:

Detalles de las inspecciones efectuadas para comprobar si se cumplen las normas pertinentes sobre calibración o ensayo:

## FICHA DE REGISTRO DEL EQUIPO

### **FICHA III**

Nº referencia:  
(publicado por el  
Director de Calidad)

Nombre del elemento del equipo: \_\_\_\_\_  
[MAYUSCULAS]

Nº lista de existencias: \_\_\_\_\_

Detalles de las operaciones de mantenimiento/reparación efectuadas. Indicar los resultados de las medidas adoptadas.

## FICHA DE REGISTRO DEL EQUIPO

## FICHA IV

Nº referencia:  
(publicado por el  
Director de Calidad)

Nombre del elemento del equipo: \_\_\_\_\_  
[MAYUSCULAS]

Nº lista de existencias: \_\_\_\_\_

#### Relación de incidencias por motivo de caducidad o modificación.

## Aviso para equipo defectuoso

# ¡NO UTILIZAR

## ESTE

# INSTRUMENTO!

Este instrumento no funciona debidamente y no debe utilizarse para realizar trabajos de "calidad garantizada". Para cualquier información, dirigirse al infrascrito.

Director de Calidad..... Fecha.....

[Nota: La retirada de este aviso dará lugar a la apertura de un expediente disciplinario]



## Mantenimiento del equipo utilizado habitualmente en el laboratorio

### 1. Mantenimiento y reparación

#### 1.1 Cromatógrafo de gases

Como sucede con todo instrumento, para asegurar la fiabilidad de un cromatógrafo de gases es necesario prestar atención a diversos aspectos del equipo y a su modo de empleo. La negligencia de cualquier parte del sistema puede invalidar los resultados del análisis. Para conseguir que un instrumento dé resultados fiables es imprescindible evitar que la contaminación se concentre en los componentes principales, lo cual depende a su vez de la naturaleza de los materiales de ensayo que se analizan, y en el caso de algunas aplicaciones puede ser el factor más importante para la calidad analítica. Esto es aplicable en particular a los análisis de trazas. Además, la experiencia en este tipo de instrumentación como sistema total es insustituible. Una parte importante del procedimiento de comprobación consiste en la vigilancia continua, especialmente de los cromatogramas y parámetros instrumentales, por parte de especialistas en cromatografía experimentados.

Por tanto hay que reconocer que el mantenimiento ha de ser una tarea compartida entre el personal del servicio técnico de la empresa fabricante de todo el sistema instrumental y los usuarios de los componentes expuestos a los materiales de ensayo, que sufren un deterioro como consecuencia del uso y necesitan frecuentes cuidados entre las visitas del servicio técnico. El personal de este servicio, que dispone de información sobre el producto y de herramientas, es el más capacitado para mantener y reparar eficientemente los componentes electrónicos. Sin embargo, los usuarios se ven obligados con frecuencia a reparar fallos cuando es imposible conseguir los servicios del personal de mantenimiento o cuando estos fallos se repiten y los usuarios se familiarizan con el modo de resolverlos. Es preciso que los usuarios elaboren su propio programa de mantenimiento para los componentes del sistema que entran en contacto con materiales de ensayo o que están sujetos a deterioro. Entre los componentes que requieren una atención sistemática se incluyen los sistemas de inyección, las columnas, los detectores, los suministros de gas y los accesorios de goma.

#### 1.1.1 Inyectores

Siempre es necesario proceder periódicamente a la sustitución de los diafragmas y a la limpieza de las superficies internas, en particular los revestimientos de la inyección. Hay que comprobar diariamente si los diafragmas tienen fugas utilizando un líquido espumoso de tipo "Snoop". Los diafragmas sólo suelen servir para 25-30 inyecciones, siendo necesario sustituirlos después. Los diafragmas que presentan fugas han de sustituirse automáticamente por otros nuevos que hayan sido limpiados cuidadosamente con una extracción de disolvente o mediante tratamiento en una estufa al vacío antes del uso.

Si se emplea habitualmente un cromatógrafo de gases, hay que quitar el revestimiento de la inyección de la abertura de ésta (actualmente casi todos los revestimientos de inyección son de vidrio) y sustituirlo por uno nuevo o por el revestimiento original limpiado a fondo en una mezcla con un 50 por ciento de ácido nítrico que contenga un 7,5 por ciento de

cromato potásico. A continuación, el revestimiento de la inyección se lavará cuidadosamente con agua y etanol y se colocara de nuevo, una vez seco, en la abertura de la inyección. Los diaframas se sustituirán automáticamente en esa fase.

### 1.1.2 Columnas

Diariamente se comprobará si las conexiones de la columna del cromatógrafo de gases tienen pérdidas utilizando un detergente o jabón líquido espumoso. Estas conexiones se apretarán en caso necesario. La columna se inspeccionará visualmente a intervalos periódicos para asegurarse de que no han aparecido resquicios en el relleno de las columnas o, si se trata de una columna capilar, que no se han producido roturas en la propia columna. Puede comprobarse si ha habido una rotura en la columna midiendo el flujo en el detector final de la misma. Las columnas llenas tienen de ordinario un flujo de 10 a 25 ml aproximadamente por minuto, mientras que las columnas capilares suelen tener un flujo que oscila entre 1,0 y 2,5 ml.

Tanto diaria como semanalmente se comprobará la resolución de las columnas utilizando un patrón de calibración (véase la Sección 2.2). Cada semana se golpearán suavemente las columnas llenas con un lápiz o un trozo de madera para asegurarse de que el relleno de la columna no ha sufrido alteraciones. Si se observa que la resolución de los picos se ha debilitado, se retirará la columna y se inspeccionará el extremo de la inyección de la columna que pudiera haberse deteriorado a causa de la contaminación con extractos de muestras. Las soluciones de patrones apropiados, que es necesario analizar para que sirvan de base a la cuantificación, pueden proporcionar una información suplementaria de importancia crucial para el diagnóstico. Se examinará un cromatograma para determinar la constancia de los tiempos de retención, las alturas relativas de los picos y la simetría de las configuraciones de éstos, la ausencia de picos extraños, la regularidad de la línea de referencia y la proporción entre señal y ruido. Los cambios imprevistos suelen indicar problemas de degradación o contaminación, ya sea en la propia columna, en el inyector o en el detector. Muchas columnas llenas y capilares se suministran con mezclas de componentes de diversas polaridades, etc., y con el correspondiente cromatograma de ensayo, que puede utilizarse también para comprobar el rendimiento de la columna. Esta mezcla de ensayo permite confirmar si la columna se ha deteriorado apreciablemente (véase la Sección 2.2.1 del presente Apéndice).

### 1.1.3 Estufas

Además de comprobar el correcto funcionamiento del sistema de circulación de aire y ventilación a efectos de enfriamiento, el usuario ha de recurrir a las indicaciones sobre la temperatura que facilita el fabricante. Es posible insertar un termopar o un termómetro con resistencia de platino para comprobar la temperatura de la estufa isotérmica. Si se utiliza este sistema para vigilar la programación de la temperatura, es posible descubrir variaciones sinusoidales inquietantes en la rampa y fuertes subidas de temperatura cuando se llega a un conjunto isotermo. Para trabajar con columnas capilares es imprescindible que el control de la temperatura sea preciso y reproducible. Sin embargo, algunos fabricantes son reacios a declarar cuáles son exactamente las especificaciones y tolerancias para el control programado. No obstante, lo que realmente importa es la precisión del control de temperatura de la estufa. Siempre que la temperatura se mantenga constante, da lo mismo que la estufa esté 1 ó 2 grados por encima o por debajo de lo que indica la lectura.

#### 1.1.4 Suministros de gas y accesorios de goma

Deberá comprobarse periódicamente la presión y el flujo del gas, con el fin de que correspondan a las especificaciones y sean apropiados para el sistema y la aplicación. Un cambio imprevisto puede indicar la presencia de una fuga que deberá repararse sin demora. Las piezas que utilizan cierres de goma son propensas al deterioro y han de remplazarse por manguitos de metal. La pureza de los gases es importante. Los gases portadores habrán de purificarse por medio de filtros para eliminar el oxígeno y la humedad; de ordinario se utilizará el helio para las columnas capilares. Las impurezas de hidrocarburos de los gases utilizados en los detectores se eliminarán mediante filtros de grafito. Si se utiliza nitrógeno como gas portador en el análisis de residuos de plaguicida con detectores de captura de electrones, se aplicará una pureza superior al 99,999 por ciento, siempre que sea posible; aun así se deberá utilizar una trampa de oxígeno para que liberarlo de este gas.

#### 1.1.5 Detectores

Por su naturaleza y diversidad, es difícil medir y vigilar la sensibilidad de los detectores empleados en la cromatografía de gases, ya sean unidades aisladas o dependientes de otros componentes del sistema cromatográfico. En la práctica, se siguen utilizando hasta que se observa una disminución apreciable de la sensibilidad atribuible al detector. La limpieza teórica, al igual que la sustitución de las partes sensibles, restablece a menudo el rendimiento. Deberán seguirse fielmente las instrucciones del fabricante en materia de limpieza.

De ordinario, 0,1 mg de estearato de metilo provocarán una deflexión en plena escala de un detector de ionización de llama. Se puede comprobar fácilmente la sensibilidad de un detector de electrones utilizando una solución de lindano en n-hexano; 20-40 pg de lindano inyectados en un cromatógrafo de gases darán normalmente una deflexión en plena escala. No obstante, hay que señalar que estas cifras de sensibilidad son indicativas; las respuestas de los detectores variarán considerablemente según los cromatógrafos de gases y los fabricantes.

#### 1.1.6 Evaluación de datos

Los sistemas de datos cromatográficos suelen evaluar las alturas o áreas de los picos. Tales sistemas dependen de la exactitud de la conversión de los datos analógicos a digitales, la cual tal vez hayan de confirmarse en varios órdenes de magnitud. La medición de picos aislados y bien resueltos, situados en líneas de referencia uniformes, no plantea grandes problemas. Sin embargo, si han de cuantificarse picos sin resolver en líneas de referencia no uniformes, será necesario comprender el funcionamiento del sistema de integración, especialmente en lo que respecta a la detección percibida de las líneas de referencia y la disección de los picos que se superponen. La configuración de los picos puede ser también un indicador de la eficiencia y eficacia de la columna de cromatografía de gases. Picos torcidos o configuraciones de picos no gaussianas indican a menudo un deterioro de la columna, suciedad en el sistema de inyección, incompatibilidades en el flujo, una compatibilidad incorrecta entre el analito y la polaridad de la columna, o una sobrecarga que impide la debida separación entre las fases estacionarias gaseosa y líquida.

### 1.1.7 Curvas de calibración

Se preparará una serie de disoluciones patrón, de modo que la variedad de concentraciones sea más amplia que la de la disolución desconocida que ha de analizarse. Esto permite determinar los límites de la respuesta lineal al analito del detector.

## 1.2 Cromatografía líquida de alta resolución (HPLC)

La HPLC es una técnica que exige atención constante para mantener una sensibilidad y separación óptimas. Las bombas pueden dañarse, las columnas bloquearse y deteriorarse y los detectores contaminarse, lo que redundaría en un flujo bajo, una presión inversa alta, absorbencia de fondo e interferencias. Durante el proceso de cierre hay que tener cuidado para que no entre en el sistema ninguna materia extraña.

Los componentes del sistema de HPLC a los que hay que prestar atención sistemáticamente son la bomba, la columna del sistema de inyección, los detectores y los disolventes.

### 1.2.1 Bomba

La función principal de la bomba de HPLC es proporcionar un flujo continuo de fase móvil a la columna de separación a una presión constante. Las piezas principales de la bomba aspirante e impelente son los pistones, los cierres de los pistones y las válvulas de retención, el motor y las levas de la barra impulsora.

Antes de su uso diario, hay que comprobar si el flujo de la bomba es constante. Si se observa que el flujo es débil o intermitente, hay que introducir en el sistema disolvente desgasificado para eliminar el aire atrapado, limpiar a fondo las válvulas de retención y, si está ajustado, comprobar el correcto funcionamiento del regulador de impulsos. Cuando se sustituyen los cierres y las válvulas de retención, hay que actuar con cuidado para no dañarlos apretando excesivamente las piezas. El valor de la columna bombeada deberá ser preciso. Sin embargo, sólo ha de ser exacto cuando el analista instala y valida un sistema analítico. Una vez validado el sistema, lo único que importa es la precisión del flujo. Se comprobará la columna bombeada a intervalos periódicos fijando la bomba en un volumen dado y pasando el disolvente bombeado a un cilindro u otro aparato de medición.

### 1.2.2 Columnas de HPLC

Como cualquier medio de separación cromatográfica, la columna de HPLC debe funcionar con la eficiencia necesaria, como mínimo, para llevar a cabo la separación de los analitos. Por consiguiente, se calibrará periódicamente y se vigilará la resolución por medio de patrones (véase la Sección 2.3).

Las columnas pueden deteriorarse por diversas razones, como la contaminación, el cambio de polaridad debido a la perdida de actividad o una perturbación en la geometría de la columna. La contaminación puede producirse en el cuerpo de la columna, a causa de la unión irreversible de un componente a la fase estacionaria o, más frecuentemente, debido a la retención de materia extraña en la parte superior de la columna. Sólo es necesario prestar atención a las columnas si el deterioro de la resolución es analíticamente significativo. Si es necesario puede quitarse el extremo superior de la columna; a continuación se quita la "frita"

de retención y se inspecciona el relleno de la columna. La supresión de unos pocos milímetros de relleno y su sustitución por nuevo relleno y una nueva "frita" resolverá tal vez este problema, pero podría causar otros con algunos rellenos de alta resolución.

El problema más grave es la pérdida de sensibilidad de una columna por razones que varían ampliamente según el tipo de columna (intercambio de iones, sílice, FR, fase unida). Se deberá tratar de limpiar la columna introduciendo en ella el disolvente utilizado habitualmente en el análisis, y si con esto no se consigue una mejora, se utilizará disolvente de distinta polaridad, teniendo presente la necesidad de elegir un disolvente miscible y la naturaleza del relleno de la columna. Introducir por detrás el disolvente no da buenos resultados, ya que altera el relleno y hace que el flujo de disolvente sea desigual. Si se dispone del equipo y los conocimientos necesarios, puede que la solución más rentable sea rellenar una nueva columna.

### 1.2.3 Detectores de HPLC

En el análisis de alimentos se utilizan diversos detectores, el más frecuente de los cuales es el basado en UV visible, fluorescencia, índice de refracción y propiedades electroquímicas de los analitos. La respuesta de estos detectores se comprobará diariamente utilizando el patrón que recomienda el fabricante para detectar cualquier "desviación" en el rendimiento, que suele ser una advertencia oportuna de un fallo inminente en el detector.

Los detectores, especialmente los que se utilizan para medir componentes derivados después de la columna, deben enjuagarse a fondo al final de cada jornada o al completar una serie de análisis. Hay que tener especial cuidado con los detectores cuando se utilizan junto con bloques móviles modificados con aminas o sulfonatos amortiguados. Despues del uso, el detector se desconectará y limpiará haciendo pasar ácido nítrico disuelto en agua (1:10) a través de la unidad. Se dejará reposar durante diez minutos y se aclarará a fondo con agua. Este procedimiento garantiza la eliminación de componentes que pueden producir sedimentos insolubles y obstruir el instrumento.

### 1.2.4 Fases móviles de HPLC

Lo ideal sería preparar las fases móviles cuando fueran necesarias a partir de un tipo conocido de disolventes de calidad HPLC y filtrarlas con un filtro de 0,45 micras para eliminar cualquier materia sin disolver. A continuación se desgasifica la fase móvil utilizando helio o técnicas ultrasónicas y se evalúan las impurezas haciendo pasar el nuevo disolvente por el sistema de HPLC y midiendo cualquier interferencia de fondo a las longitudes de onda de la detección. Esto puede resultar problemático cuando se utiliza acrilonitrilo con detección UV.

Todos los disolventes se conservarán de modo que se evite la contaminación con partículas transportadas por el aire y la contaminación atmosférica con contaminantes como dióxido de carbono, cloruro de hidrógeno, cloro y compuestos volátiles de azufre. También debe evitarse cuidadosamente la formación de productos inestables de reacción (por ejemplo peróxidos en el tetrahidrofurano una vez eliminados los estabilizadores durante la redistilación).

### 1.3 Espectrofotómetros

Los espectrofotómetros UV/visible se utilizan ampliamente en el laboratorio de control de los alimentos. Su mantenimiento es una tarea sumamente especializada que suele exigir los servicios de un técnico debidamente capacitado en el instrumento en cuestión.

El analista no tratará nunca de forzar el banco óptico, los espejos, los prismas, los filtros o el fotomultiplicador, ya que en manos inexpertas el más leve desfase puede inutilizar el espectrofotómetro.

Antes y después del análisis se procederá al mantenimiento general de los espectrofotómetros, incluida la limpieza de las cubetas y la cámara de celdas. Las salpicaduras de disoluciones ácidas o alcalinas pueden causar daños irreparables, aunque se dejen sólo por breve tiempo.

El analista podrá encargarse de mantener y cambiar la fuente de iluminación siempre que se disponga del manual del fabricante y el mantenimiento se efectúe en presencia de un analista con experiencia. Inmediatamente después llevar a cabo una operación de este tipo, se hará constar en un registro permanente. A continuación se calibrará de nuevo el instrumento (véase la Sección 2.1).

Se realizarán comprobaciones básicas de la longitud de onda y la absorbencia utilizando filtros calibrados y disoluciones patrón (véase la Sección 2.1) que recomiendan y suministren los fabricantes. Rara vez es necesario utilizar un patrón primario para las comprobaciones.

### 1.4 Balanzas

Las balanzas deberán mantenerse perfectamente limpias y exentas de polvo y corrosión. La balanza, ya se aproxime su precisión al gramo o al miligramo, es sensible a las vibraciones, corrientes de aire, fluctuación de la temperatura y horizontalidad de la superficie sobre la que descansa.

Todas las balanzas se comprobarán periódicamente para verificar si no se han movido y siguen apoyándose en una superficie lisa. Diariamente se realizarán pesajes básicos de comprobación utilizando pesas calibradas. Se mantendrá un registro permanente de estas comprobaciones, que deberán cotejarse con las fichas de trabajo del analista.

### 1.5 Polarímetros

Los polarímetros se utilizan sobre todo para determinar la concentración y el tipo de las disoluciones de azúcar. Suelen ser de dos tipos: los que se basan en la rotación de una luz monocromática emitida por una fuente de sodio incandescente y funcionan mecánicamente, y los electrónicos que utilizan una luz policromática polarizada. En ambos casos se procederá a una limpieza periódica de las lentes y ventanas de luz.

Gracias a la instrumentación electrónica moderna, los polarímetros llevan incorporado un sistema que detecta los defectos de funcionamiento, como la pérdida de potencia de la lámpara. También tienen un sistema de autocalibración. Sin embargo, tanto los polarímetros mecánicos como los electrónicos han de comprobarse periódicamente utilizando cuñas

normalizadas de cuarzo, disoluciones patrón de sacarosa o un tubo sacarímetro normalizado (véase la Sección 2.4).

## 1.6 Espectrómetros de absorción atómica

Los espectrómetros de absorción atómica se utilizan en el laboratorio de control de los alimentos para analizar especies de sustancias inorgánicas tóxicas y nutrientes. Dado que casi todas estas especies se encuentran en niveles residuales, es necesario realizar un esfuerzo considerable para impedir la contaminación cruzada, la adsorción en la superficie de diversas partes del espectrómetro (como el nebulizador, la linterna, el tubo de muestreo, etc.) y la alineación de la llama o la estufa y la longitud de onda y geometría básica de la luz procedente de las lámparas de catódo hueco.

Que los resultados estén equivocados en una cifra excesivamente alta o baja, que no se alcancen los límites de detección, que no se consigan las concentraciones características, que se obtengan datos ruidosos, blancos elevados o líneas de referencia ruidosas, que la llama no prenda o presente un perfil irregular o que el quemador se apague rápidamente son hechos que pueden indicar la necesidad de revisar el espectrómetro de absorción atómica. Otro indicador característico es que el rendimiento del análisis con o sin llama no corresponda a la especificación del fabricante.

Si no se cumple la especificación del fabricante, deberán realizarse diversas comprobaciones. Sin embargo, casi todas ellas habrán de ser efectuadas exclusivamente por un especialista de un servicio de mantenimiento reconocido por el fabricante o por un técnico altamente calificado. Las operaciones de mantenimiento más sencillas son las relativas a los instrumentos ópticos, el quemador y el nebulizador.

### 1.6.1 Instrumentos ópticos

Se evitará dejar huellas digitales en las ventanas del compartimiento de la muestra o sobre la fuente de luz, así como tocar las superficies reflectantes de los espejos o rejillas. Si se acumula polvo en las superficies ópticas, se extraerá cuidadosamente con una pera de aire limpio y seco. Las superficies no deberán frotarse con un trapo. Las superficies de las ventanas podrán limpiarse con un trozo de algodón empapado en una disolución de un detergente líquido suave y enjuagarse varias veces con agua desionizada. Si se ensucian las superficies de los espejos (por ejemplo a causa de la exposición a los vapores del laboratorio), la limpieza deberá confiarse a un especialista de un servicio de mantenimiento. Si esto no es posible, un técnico especializado podrá limpiar las superficies cuidadosamente con un algodón limpio humedecido en un disolvente limpio como por ejemplo alcohol. Es importante secar rápidamente las superficies, sin frotar las superficies ópticas. Se evitarán cuidadosamente los arañazos que obligan a pulir de nuevo los espejos. Nunca se deberán limpiar o tocar las superficies de las rejillas.

### 1.6.2 Quemador

La naturaleza de las muestras aspiradas determina la frecuencia de la limpieza del quemador. Si funciona normalmente, no requerirá limpiezas frecuentes. La cámara del quemador deberá reacondicionarse después de trabajar con disolventes orgánicos o cuando se aspiren muestras con un contenido elevado de sólidos.

El quemador deberá dar una llama uniforme a lo largo de la ranura. Una llama desigual puede indicar que la ranura necesita una limpieza. Tras haber desconectado la llama apagada y conectado el aire, se pasará cuidadosamente una lámina fina de metal a través y a lo largo de la ranura, sin mellar sus bordes. Para limpiar los sedimentos incrustados en la ranura de la cabeza del quemador puede que sea necesario quitar la cabeza de la cámara del quemador, dejarla durante toda la noche a remojo en una disolución detergente y a continuación enjuagarla con agua desionizada y secarla con aire limpio.

Si se aspiran muestras acuosas o muestras orgánicas como aceite o extractos de metilisobutilcetona, la señal de la absorción producida puede ser ruidosa e irregular. Tras la aspiración de muestras orgánicas, se aspirará durante cinco minutos un disolvente orgánico limpio del que se sepa que es miscible con las muestras que acaban de aspirarse. Después de esto se aspirará acetona durante cinco minutos y a continuación se aspirará un 1 por ciento de ácido nítrico durante otros cinco minutos. Si se han formado sedimentos en la cámara del quemador, éste se desmontará y limpiará empapándolo en una disolución detergente con un cepillo para botellas. En la cámara de mezcla no se utilizarán ácidos ni limpiadores de tipo doméstico y se evitará dañar su recubrimiento plástico con productos abrasivos.

El tubo de desagüe de residuos se limpiará a fondo con agua. El colector se vaciará y se llenará de agua, las disoluciones peligrosas o corrosivas se eliminarán debidamente y se observarán las normas locales sobre los efectos de los residuos en el medio ambiente.

Tras la aspiración de muestras con concentraciones elevadas de plata, cobre o mercurio, el quemador se limpiará siempre en una llama de acetileno, ya que si se deja que se sequen podrían formarse acetiluros inestables explosivos. Inmediatamente después de realizar este tipo de análisis se enjuagará a fondo el tubo de desagüe de residuos y la cámara de mezcla del quemador, y ésta se inspeccionará visualmente para asegurarse de que se ha eliminado toda traza de residuos.

### 1.6.3 Sistema de desagüe del quemador

El sistema de desagüe del quemador se enjuagará concienzudamente con agua para eliminar residuos cáusticos, corrosivos u orgánicos que pudieran dañar el tubo de desagüe y la cámara. Se recomienda efectuar esta operación al término de cada jornada de trabajo.

## 1.7 Equipo de elaboración

El mantenimiento de los mezcladores, trituradores y molinillos se suele limitar a la limpieza, el diagnóstico de las averías eléctricas y el mantenimiento preventivo de la degradación de los cierres herméticos. Hay que señalar que con disolventes inflamables sólo podrán utilizarse mezcladores a prueba de chispas.

La limpieza es el aspecto más importante del mantenimiento de este tipo de equipo, ya que evita la contaminación cruzada de las muestras, y en especial las de naturaleza grasa, como carnes, productos de confitería y semillas oleaginosas.

La limpieza periódica con agua y detergente irá seguida en caso necesario de una limpieza con un disolvente apropiado y a continuación de nuevo con detergente. Para quitar de los mezcladores la carne y el pescado triturados se suele utilizar agua caliente, detergente

y un cepillo robusto. Si de ese modo no se eliminan todos los restos de grasa, puede estar indicada una limpieza con un disolvente como el n-hexano.

El mantenimiento de estufas, hornos de mufla, refrigeradores y congeladores se limitará a una comprobación periódica de la temperatura.

Aunque en el análisis de alimentos no suele ser esencial que la temperatura de los hornos, refrigeradores y congeladores sea absolutamente exacta, estos elementos del equipo han de cumplir unos requisitos mínimos que pueden variar según la temperatura externa y la especificación del fabricante. De ordinario un refrigerador ha de alcanzar de 2°C a 5°C y un congelador de -18°C a -22°C.

Los refrigeradores y congeladores se comprobarán a intervalos determinados, habitualmente de un mes, utilizando un termómetro certificado de inmersión total; en caso de que el control de la temperatura sea crucial se utilizará un termopar de registro continuo. Los hornos se comprobarán por medio de un pirómetro o un termopar. Si las temperaturas diferen considerablemente de las indicadas en la especificación para el instrumento, un técnico calificado deberá revisar la unidad de control de la temperatura.

Las estufas de secado y vacío son algo diferentes, ya que algunos métodos normalizados (AOAC, BS, etc.) especifican una desecación hasta un peso constante o mediante una temperatura específica, por ejemplo 100°C ± 1°C. Se aconseja comprobar diariamente la temperatura con ayuda de un termómetro certificado.

El mantenimiento del vacío en las estufas de vacío puede comprobarse por medio de un manómetro debidamente calibrado. Este vacío deberá ser inferior como norma a 100 mm de mercurio. Puede que también sea necesario comprobar las bombas y tuberías.

## 1.8 Instrumental de vidrio

Todos los laboratorios que se ocupan del análisis de alimentos realizan algunas operaciones de química "por vía húmeda", y algunos de ellos no hacen otra cosa, por lo que el mantenimiento del instrumental de vidrio y los reactivos reviste una gran importancia. Una práctica acertada es separar el instrumental de vidrio utilizado en el análisis de trazas del empleado en las macrodeterminaciones. Deberán elaborarse procedimientos para la limpieza del instrumental de vidrio (y también de teflón, politeno, polipropileno, etc., en caso de que se utilicen). Hay que recordar que estos procedimientos dependen del calibre y la capacitación del personal que lleva a cabo la limpieza. Para limpiar la mayor parte del instrumental de vidrio de uso general es suficiente utilizar agua caliente y detergente, no siendo necesario el empleo de materiales corrosivos como el ácido crómico. Sin embargo, ciertas aplicaciones del instrumental de vidrio requieren procedimientos especiales de limpieza y manipulación, por ejemplo cuando se miden oligoelementos en agua, para evitar la adsorción o lixiviación del instrumental de vidrio, o cuando no se utiliza el vidrio en absoluto. En general, para llevar a cabo análisis de trazas se evitará utilizar instrumental de vidrio con arañazos o raspaduras.

## 2. Rendimiento y calibración de los instrumentos

A continuación se indican las técnicas de evaluación del rendimiento y calibración para algunos instrumentos analíticos ampliamente utilizados:

### 2.1 Espectrofotómetros ultravioleta y visible

Los espectrofotómetros deben calibrarse por lo que respecta a la exactitud de la longitud de onda y la densidad óptica (absorción). La exactitud de la longitud de onda puede comprobarse fácilmente utilizando filtros normalizados de didimio u holmio. La exactitud de la absorbancia puede comprobarse mediante el barrido de una disolución de 50 ó 100 mg por litro de dicromato potásico puro en 0,005M de ácido sulfúrico, entre 200 nm y 400 nm.

Son habituales las absorbancias siguientes:

Longitud de onda (nm)	50 mg/l	100 mg/l
235	0,626 ± 0,009	1,251 ± 0,019
257	0,727 ± 0,007	1,454 ± 0,015
313	0,244 ± 0,004	0,488 ± 0,007
350	0,536 ± 0,005	1,071 ± 0,011

### 2.2 Cromatógrafos de gases

Los aspectos más importantes del rendimiento de los cromatógrafos de gases son los relativos a la sensibilidad y a la separación. La sensibilidad depende de varios factores, entre ellos el funcionamiento correcto del detector, la proporción de sitios activos en la fase estacionaria de la columna, la estanqueidad de las conexiones del gas y los efectos de la descomposición del analito debidos a posibles puntos calientes locales y superficies metálicas.

#### 2.2.1 Columnas cromatográficas de gases

Para calibrar columnas cromatográficas de gases lo mejor es utilizar disoluciones patrón del analito que ha de analizarse, pero se puede obtener información sobre las condiciones de una columna con ayuda de mezclas normalizadas de ensayo. A continuación se ofrecen algunos ejemplos:

Mezcla de ensayo nº 1 - Para los sistemas equipados con un detector de ionización de llama puede ser útil una mezcla que contenga 2-octanona, 1-octanol, 2,6-dimetilanilina, 2,6-dimetilfenol, decano, undecano, dodecano y tridecano en diclorometano. Esta formulación permite confirmar la eficiencia de la columna, la presencia de fugas, el volumen muerto de la columna, los sitios de absorción metálica, las características ácido/base, los grupos de enlace de hidrógeno o silanol y los ácidos de Lewis. Esta mezcla se usa en los análisis sensibles, isotermos o con temperatura programada para comprobar la afinidad de una columna con respecto a múltiples compuestos (Grob et al., J. Chromatography, 156, 1, 1978).

Mezcla de ensayo nº 2 - También en caso de utilizar un detector de ionización de llama, puede llevarse a cabo una sencilla comprobación de la eficiencia de la columna para

el análisis de esteres metílicos de ácidos grasos mediante CG disolviendo aceite de coco (o de colza) en isoctano, agitando con un 10 por ciento de hidróxido de potasio metanólico durante 2 minutos y, tras dejar que se separen las fases, inyectando un volumen convenientemente pequeño de la capa superior de isoctano directamente en el cromatógrafo. La resolución de los picos de estearato y oleato de metilo es un buen indicador del rendimiento satisfactorio de la columna.

Mezcla de ensayo nº 3 - En los sistemas con un detector de captura de electrones, se puede adquirir una mezcla útil para evaluar columnas de cromatografía de gases destinadas al análisis de plaguicidas en empresas como la norteamericana Supelco. Otra posibilidad es utilizar una disolución de isoctano que contenga 0,1  $\mu\text{g}/\text{ml}$  de alfa-HCH, beta-HCH, gamma-HCH (lindano), p,p'-DDT, o,p'-DDT, p,p'-TDE, p,p'-DDE, aldrín, dieldrín, endrín, heptacloro y heptacloroepóxido. Algunos usuarios añaden también o,p'-TDE y o,p'-DDE, pero estas sustancias sólo aparecen como productos de la degradación de o,p'-DDT (que a su vez es normalmente una impureza en p,p'-DDT) y rara vez se encuentran como residuos en los alimentos. Si se quiere evitar la frecuente identificación errónea de los picos, son necesarias una cuidadosa utilización de las mezclas de ensayo (incluido un "marcado" en extractos de materiales de ensayo) y una interpretación correcta de los resultados. Hay que señalar que el LMR para el DDT total es igual a la suma de p,p'-DDT, o,p'-DDT, p,p'-TDE y p,p'-DDE.

Mezcla de ensayo nº 4 - En los análisis de plaguicidas se producen con frecuencia interferencias debidas a la contaminación con bifenilos policlorados (BPC). Para calibrar y evaluar la interferencia de BPC en una columna de CG puede ser útil una mezcla de ensayo que contenga 10 mg por ml de Aroclor 1242, o de Aroclor 1254, en diclorometano.

## 2.3 Cromatógrafos en fase líquida de alta resolución

Los principales aspectos que han de tenerse en cuenta al comprobar el rendimiento y calibrar un cromatógrafo en fase líquida de alta resolución son el sistema de bombeo/distribución, las columnas (eficiencia y simetría de los picos) y el detector.

### 2.3.1 Sistema de distribución

El sistema de distribución suele consistir en una bomba aspirante e impelente o en una bomba de doble pistón con desplazamiento de una rama. Independientemente del sistema que se utilice, la calibración correcta de la distribución del flujo es de la mayor importancia, ya que en la cromatografía de gases el flujo determina la velocidad de elución, y de ésta depende la capacidad de la columna de separación para alcanzar un equilibrio entre las fases móvil y estacionaria, y por tanto afecta a todo el sistema. Sin una calibración precisa del flujo, es imposible conseguir la repetibilidad y reproducibilidad. La calibración del sistema de distribución del flujo es una operación sencilla que se realiza haciendo que el eluyente de todo el sistema pase por un cilindro de medición de tipo A durante un tiempo exacto. Hay que tener cuidado de registrar un volumen suficientemente grande para que se pueda efectuar una medición exacta (por ejemplo, 25 ml a 1 ml por minuto en un cilindro de medición de 25 ml). El pesaje permite conseguir una mayor exactitud. Siempre es preferible medir el flujo de todo el sistema, ya que la presión inversa de la columna y del detector que la acompaña puede variar, con lo que varía la caída de la presión en todo el sistema y por consiguiente el flujo.

### 2.3.2 Columnas

El rendimiento y la calibración de las columnas varían según con los componentes que se separan y miden. Sin embargo, de ordinario la calibración puede realizarse utilizando compuestos puros y midiendo distintos parámetros, como el tiempo de elución, la desviación de la resolución y el número de platos teóricos.

El tiempo de elución se calcula como el tiempo transcurrido entre el punto medio del pico eludido y el frente del disolvente. Si no se observa ningún frente de disolvente, el tiempo de elución puede calcularse como el tiempo transcurrido entre el punto medio del pico eludido y el punto de inyección. Las columnas deben mantenerse a temperatura constante si se quiere evitar que varíen los tiempos de elución.

La asimetría del pico eludido proporciona información sobre las condiciones de la columna y el estado de la "frita" en la cabeza de ésta. Un pico asimétrico puede deberse al excesivo número de sitios activos, a la desactivación de la columna, a la formación de un túnel dentro de ésta, a un flujo demasiado rápido o a la utilización de un disolvente inadecuado. La asimetría del pico eludido se calcula midiendo las distancias entre el punto medio del pico y la posición de la traza a cada lado del punto medio a mitad de la altura del pico. En el caso de una configuración gaussiana del pico, las distancias serán idénticas.

El número de platos teóricos de la columna mide la eficiencia de ésta. Cuanto más alto sea este número, más eficiente será la columna y mayor será la separación entre los dos compuestos. El número de platos teóricos (N) se calcula dividiendo la longitud de la columna por la "altura equivalente de una plato teórico" (HETP):

$$N = \frac{\text{longitud de la columna}}{\text{HETP}}$$

La HETP se calcula del siguiente modo:

$$\text{HETP} = 16 \times \frac{(D)}{(W1/2)}$$

donde "D" es la distancia del punto medio del pico eludido desde el punto de inyección y "W1/2" es la anchura del pico a la mitad de la altura.

### 2.3.3 Detectores de HPLC

En los detectores UV/visible, el fabricante suele preestablecer las longitudes de onda en 254 nm y 360 nm, pero se puede utilizar la absorción en esas longitudes de onda para comprobar el deterioro de la lámpara UV. Cuando se utilicen detectores de longitud de onda variable, se comprobará que el cambio de lámparas de deuterio a lámparas de tungsteno (habitualmente a unos 320 nm) se realiza sin problemas.

Los detectores del índice de refracción pueden comprobarse con una disolución de una sustancia adecuada, como por ejemplo un 0,1 por ciento de glucosa para el análisis de azúcares.

## 2.4 Sacarímetros y polarímetros

La práctica más común para calibrar el instrumental empleado en la determinación del contenido de azúcar (por el método EWERS, etc.) es utilizar una disolución patrón de azúcar. Sin embargo, por lo general las diferencias en el clima, la temperatura y el tiempo que tarda la disolución en alcanzar el equilibrio hacen que varíen los resultados de un laboratorio a otro. Un método seguro consiste en utilizar un tubo de actividad óptica que ha sido calibrado por un organismo competente acreditado y diseñado para que tenga una rotación específica de azúcar utilizando una determinada longitud de onda de una luz que suele ser de sodio (4900A). Si la sacarosa es el único azúcar presente, una disolución del 26 por ciento en un tubo de 200 mm de un sacarímetro a 20°C registrará un 100 por ciento.

Los polarímetros pueden comprobarse utilizando las concentraciones de azúcares en agua que se indican a continuación:

Azúcar	10%	20%
Sacarosa	+66,5	+66,5
Glucosa	+52,7	+53,1
Fructosa	-90,7	-93,3
Lactosa	+52,5	+52,5
Maltosa	+138,3	+138,1

Las rotaciones angulares específicas susodichas se observan a una temperatura de 20°C con una luz de sodio de línea "D" y un decímetro de espesor. Todas las disoluciones se prepararán añadiendo unas pocas gotas de amoníaco 0,880 para eliminar los efectos de la mutarrotación y equilibrar la actividad óptica.

## 2.5 Espectrómetros de absorción atómica

El rendimiento de un espectrómetro que utilice absorción atómica de llama podrá comprobarse efectuando las operaciones siguientes.

El espectrómetro para el análisis de una disolución acuosa de cobre satisfará las condiciones que se indican a continuación:

Longitud de onda	324,8 nm
Rendija	0,7 nm
Corriente de la lámpara	15 mA (véase la especificación del fabricante)
Llama	oxidante aire/acetileno (azul débil)
Configuración del quemador	distribuidor de flujo instalado

En estas condiciones, se aprovechará al máximo la posición de la lámpara y del quemador, así como el nebulizador. Se aspirará agua destilada y se situará a cero el instrumento. Se aspirará una disolución acuosa de cobre con una concentración de 4 mg/l. Se ajustará la posición del quemador y las condiciones de la llama para obtener la máxima absorbancia. En casi todos los instrumentos, la absorbancia obtenida será de 0,2 unidades o mayor.

Para calibrar un espectrómetro de absorción atómica, lo mejor es utilizar lámparas de catódo hueco normalizadas y disoluciones patrón. En el cuadro que se ofrece a continuación se indican las longitudes de onda validadas y reconocidas para la absorbancia de cierto número de elementos.

Elemento	Longitud de onda (nm)	Gases	Sensibilidad <sup>1</sup>	Notas
Al	309,3	N-Ac	50,0	2
As	193,7	A-Ac	45,0	3
Ba	553,6	N-Ac	20,0	2
Bi	223,1	A-Ac	20,0	3
Ca	422,7	A-Ac	4,0	
Cd	228,8	A-Ac	1,5	3
Co	240,7	A-Ac	7,0	3
Cr	357,9	A-Ac	4,0	3
Fe	248,3	A-Ac	5,0	3
Ge	265,1	N-Ac	100,0	
Hg	253,7	A-Ac	200,0	3
K	766,5	A-Ac	2,0	2,3
Li	670,8	A-Ac	2,0	3
Mg	285,2	A-Ac	0,3	3
Mo	313,3	N-Ac	30,0	
Na	589,0	A-Ac	0,5	2,3
Ni	232,0	A-Ac	7,0	3
Pb	283,3	A-Ac	20,0	3
Sb	217,6	A-Ac	25,0	3
Se	196,0	A-Ac	30,0	3
Sn	286,3	N-Ac	150,0	
Sr	460,7	N-Ac	5,0	2
U	351,5	N-Ac	5500,0	2
V	318,4	N-Ac	90,0	2
W	255,1	N-Ac	450,0	
Zn	213,9	A-Ac	1,0	3

Notas:

1. Concentración del elemento (mg/l) en una disolución acuosa que da unas 0,2 unidades de absorbancia
2. Se recomienda la adición de una sal básica (K, La o Cs como cloruro) para controlar la ionización.
3. El uso de la gota de impacto mejorará la sensibilidad en 2 x aproximadamente.

La utilización de las disoluciones de "spectrosol" suministradas por los principales fabricantes de productos químicos constituye un método de calibración relativamente barato y suficientemente exacto para casi todos los fines del análisis de alimentos. La disolución patrón deberá ir acompañada de un certificado de análisis del fabricante, el número de partida y la fecha de caducidad. Barnett (1,2) ofrece una guía útil sobre los conceptos de espectrometro de absorción atómica y calibración.

3. Referencias

1. Barnett, W. (1985), Spectrochimica Acta 39B(6), 829-836.
2. Barnett, W. (1985), Spectrochimica Acta 40B(10-12), 1689-1703.

Publicado por \_\_\_\_\_  
Revisión: 30 de junio de 2000

DETERMINACION DE TETRACICLINA EN MUESTRAS DE ALIMENTOS  
EN TECIDOS DE ANIMALES Y HUMANO

Publicado por \_\_\_\_\_  
R. García  
(Director Técnico)



## Procedimiento operativo estándar (POE) para un análisis químico (ejemplo)

POE 1(10) 1 de 9 TETRACICLINA  
Revisión pág. 1

### Método: 1

Publicación: 10

Revisión: 30 de marzo de 1993

## DETERMINACION DE TETRACICLINAS EN NIVELES RESIDUALES EN TEJIDOS DE ANIMALES Y LECHE

Publicado por \_\_\_\_\_  
R. García  
(Director Técnico)

Dirección de Inocuidad de los Alimentos  
Laboratorio de Bromatología

## 1. SEGURIDAD

Este método entraña el uso de diversas sustancias químicas peligrosas y procedimientos que pueden ocasionar un aumento del riesgo para quien los aplica. En caso de duda, consultar siempre con el asesor de seguridad competente.

### 1.1 Precauciones generales

- 1.1.1 Se llevará en todo momento ropa protectora, incluida una bata de laboratorio (abotonada), gafas y guantes de seguridad (de látex o un material similar).
- 1.1.2 Las muestras de tejidos se considerarán un peligro biológico. Se deberá evitar el contacto directo con la piel y prestar atención adecuada a la higiene. Los escalpelos u otros instrumentos afilados se utilizarán siempre con precaución. Los cortes se notificarán inmediatamente al personal de primeros auxilios para que aplique el remedio correspondiente.
- 1.1.3 Los analistas se familiarizarán con cualesquiera riesgos atribuibles a sustancias químicas y reactivos.

DE CONFORMIDAD CON EL REGLAMENTO SOBRE EL CONTROL DE SUSTANCIAS PELIGROSAS PARA LA SALUD (COSPS), ESTE METODO DEBERA EVALUARSE CON EL FIN DE DETERMINAR CUALQUIER RIESGO QUE ENTRAÑE SU USO PARA LA SALUD DE LOS ANALISTAS. CUANDO SE LLEVE A CABO UNA EVALUACION COMPLETA SE RELLENARAN LOS DOCUMENTOS COSPS1 Y COSPS2, LOS CUALES SE CONSERVARAN EN EL ARCHIVO Y ESTARAN A DISPOSICION DEL PERSONAL. ANTES DE INICIAR ESTE METODO, QUIENQUIERA QUE VAYA A UTILIZAR ESTE PROCEDIMIENTO DEBERA PROCURARSE UNA COPIA DEL DOCUMENTO COSPS2. ANTES DE INICIAR EL METODO SE CONSULTARA TAMBIEN EL CODIGO DE PRACTICAS RELATIVO A LOS MEDICAMENTOS VETERINARIOS.

Se señalan en particular algunos productos químicos y disolventes orgánicos que pudieran ser tóxicos y/o inflamables. Deberá evitarse el contacto mediante inhalación, absorción por la piel o ingestión. En caso necesario se trabajará en una campana de humos.

El metanol y el acetonitrilo son tóxicos. Los antibióticos a base de tetraciclina están catalogados como tóxicos. El ácido b-Mercaptopropiónico es corrosivo y tóxico.

La exclusión de otros compuestos de esta lista no implica que sean seguros.

### 1.2 Primeros auxilios

Toda herida deberá notificarse, en primer lugar, al personal calificado de primeros auxilios, y registrarse en el libro de accidentes que se conservará en todos los botiquines de primeros auxilios. El personal de primeros auxilios decidirá las medidas ulteriores. Todos los accidentes e incidencias se notificarán en el formulario DHSU1.

## 2. INTRODUCCION

Las tetraciclinas comprenden un grupo de agentes antibióticos que se utilizan en zootecnia con fines terapéuticos y profilácticos. Entre los más utilizados se incluyen la tetraciclina (TC), la clorotetraciclina (CTC) y la oxitetraciclina (OTC).

La preocupación por la posible presencia de residuos de estos medicamentos en alimentos destinados al consumo humano ha hecho necesarios métodos de análisis para vigilar estos agentes en niveles residuales.

El presente procedimiento operativo estándar (POE) podrá utilizarse para vigilar residuos de tetraciclinas comunes (TC, CTC, OTC) en tejidos, a saber riñón y músculo, de animales de diversas especies, entre ellas cerdos, vacunos y ovinos, y en pescado (músculo), aves de corral (músculo), langostinos, paté de carne en lata y miel. La leche de vacuno puede también analizarse con este método. Este método se utilizará exclusivamente como método cuantitativo de vigilancia capaz de detectar la presencia de tetraciclinas en muestras seleccionadas.

## 3. PRINCIPIO

Se extrae la muestra mediante amortiguador y se aplica el extracto a una columna de Sepharose quelante previamente cargada con iones de cobre. Las tetraciclinas se someten a elución eluden con un amortiguador de tetraacetato de etilenodiamina (EDTA). A continuación se eliminan el cobre residual y otros contaminantes orgánicos pasando el extracto por una columna de resina XAD-2 de la que se eluden las tetraciclinas con metanol. La determinación se efectúa mediante HPLC con detección UV.

## 4. MUESTREO

En las Secciones 9 y 10 del Manual de Calidad (MC2) del Laboratorio de Bromatología se indican los procedimientos que habrán de seguirse para la identificación, registro y almacenamiento de todas las muestras.

Para el análisis se toman submuestras de lonchas finas de la muestra congelada para obtener una muestra lo más representativa posible. Es preferible evitar la homogeneización de toda la muestra, ya que puede producirse una pérdida de analito como consecuencia del aumento de la actividad enzimática.

## 5. APARATOS

### 5.1 Instrumental de vidrio

- 5.1.1 Tubos centrífuga 250 mL y 50 mL de capacidad
- 5.1.2 Columnas vidrio 200 mm x 20 mm equipadas con frita de vidrio sinterizado y grifo de cierre
- 5.1.3 Embudo filtro vidrio 250 mL
- 5.1.4 Matraces cónicos 250 mL
- 5.1.5 Matraces en forma de pera 50 mL
- 5.1.6 Matraces de fondo redondeado 250 mL
- 5.1.7 Pipetas ampolla 5 y 10 mL
- 5.1.8 Redomas de bajo volumen para automuestreador
- 5.1.9 Soporte filtro vidrio, 47 mm Millipore
- 5.1.10 Tubos de ensayo cónicos, 10 ml.

### 5.2 Equipo

- 5.2.1 Homogeneizador Ultra Turrax o equivalente
- 5.2.2 Mezclador vortical Whirlimixer (Fisons) o equivalente
- 5.2.3 Centrífuga MSE alta velocidad 18 o equivalente
- 5.2.4 Baño ultrasónico L&R 140S o equivalente
- 5.2.5 Evaporador rotatorio más baño de agua Buchi o equivalente
- 5.2.6 Filtro papel, 15 cm, tipo 541 Whatman
- 5.2.7 Pipetas seguridad 0,2 mL y 1,0 mL Gilson Pipetman
- 5.2.8 Botellas centrífugas 250 mL
- 5.2.9 Filtro membrana 0,45  $\mu\text{m}$  "Durapore" 47 mm Millipore U.K. Ltd
- 5.2.10 Concentrador dri-block y muestra con termostato Techne

### 5.3 Cromatografía en fase líquida de alto rendimiento

- 5.3.1 Bomba Bomba LKB 2150 o equivalente
- 5.3.2 Columna Conjunto columnas en cartucho Chromsep (Chrompack) 20 cm x 3 mm rellenas Chromspher C8 y columna seguridad integral (10 mm x 2,1 mm) rellena con fase reversa pelicular (30,40  $\mu\text{m}$ ). Se admiten columnas de fase reversa alternativa. Fase móvil bombeada a 0,4 mL/min. (6.2.4)
- 5.3.3 Detector Detección UV a 350 nm (Severn Analytical SA 6510 o equivalente)
- 5.3.4 Tratamiento datos Integrador de cálculo (programa informático Perkin Elmer/Nelson Turbochrom).
- 5.3.5 Inyección Automuestreador (Waters WISP 712 o equivalente capaz inyecciones 10  $\mu\text{L}$ ).

## 6. REACTIVOS

Los productos químicos y disolventes son reactivos de calidad analítica, salvo declaración en contrario. En todo el proceso se utiliza agua desionizada bidestilada (o equivalente).

### 6.1. Productos químicos

6.1.1	Tetraciclina base libre	Sigma Ltd
6.1.2	Clorotetraciclina HCl	Sigma Ltd
6.1.3	Oxitetraciclina HCl	Sigma Ltd
6.1.4	Ácido succínico	BDH
6.1.5	Disolución hidróxido sódico 1,0 M	BDH
6.1.6	Ácido etilendiaminotetraacético, sal disódica (EDTA)	BDH
6.1.7	Metanol	BDH
6.1.8	Etanol	Burroughs Ltd
6.1.9	Acetonitrilo	Romil
6.1.10	Ácido oxálico	BDH
6.1.11	Sepharose quelante flujo rápido en 20% etanol	Pharmacia
6.1.12	Amberlite XAD-2	BDH
6.1.13	Sulfato cúprico	BDH
6.1.14	Ácido b-Mercaptopropiónico (ácido tioláctico)	Aldrich
6.1.15	Acetona	Rathburn

### 6.2. Disoluciones

- 6.2.1 Disolución madre de succinato: 24 g de ácido succínico (6.1.4) disueltos en 1 l, como disolución madre, ajustada con agua a un pH 4,0 con 1,0M hidróxido sódico (6.1.5) y formar 1 litro con agua.
- 6.2.1.1 Amortiguador succinato pH 4,0:  
Tomar 250 ml disolución madre de succinato (6.2.1) diluida a 800 ml con agua destilada, ajustada a pH 4,0 con 1,0M hidróxido sódico (6.1.5) y formar 1 litro con agua destilada.
- 6.2.2 Amortiguador EDTA-succinato: Como en el caso anterior, pero añadiendo 37,2 g sal disódica EDTA (6.1.6) antes de ajustar pH y formar 1 litro con agua.
- 6.2.3 0,01M Ácido oxálico: 1,26 g ácido oxálico (6.1.10) disueltos en agua para formar 1 litro.
- 6.2.4 Fase móvil HPLC: A 500 mL de 0,01M ácido oxálico (6.2.3) añadir 500 mL acetonitrilo (6.1.9). Mezclar y pasar por un filtro de 0,45  $\mu$ M (5.2.9), con ayuda de vacío (5.1.9). Seguir desgasificando mediante ultrasonido (5.2.4) con presión reducida.
- 6.2.5 Disolución sulfato cúprico: Disolver 5,0 g sulfato cúprico (6.1.13) en 1 litro de agua destilada.
- 6.2.6 Disolución ácido b-Mercaptopropiónico: Disolver 0,5 g ácido b-mercaptopropiónico (6.1.14) en 10 mL de metanol (6.1.7).

### 6.3 Preparaciones para columnas

#### 6.3.1 Sepharose quelante

Mezclar concienzudamente la suspensión de Sepharose quelante (6.1.11). Tomar alícuota de unos 5 mL y colocarla en una columna de vidrio 200 mm x 20 mm (5.1.2), dejar que repose (altura del lecho 1,5 cm) y eliminar líquido sobrante. Lavar la columna con 15 ml de agua. Pasar 2 x 10 mL disolución de sulfato cúprico (6.2.5) por la columna, y a continuación 15 mL de amortiguador succinato (6.2.1.1).

Nota: Mezclar vorticalmente la columna después de verter los primeros 10 mL de disolución de sulfato cúprico para asegurar un recubrimiento uniforme. Después de su uso, las columnas se enjuagan con 15-20 mL de agua. Pueden conservarse en 20 por ciento de etanol acuoso a temperatura ambiente durante toda la noche o refrigeradas durante períodos más largos. Antes del uso, se extrae el etanol acuoso de la columna, ésta se carga de nuevo con disolución de sulfato cúprico y el ciclo prosigue como antes. Si se forman canales en el lecho de Sepharose, mezclar vorticalmente para asegurar una dispersión uniforme antes de cargar las muestras.

#### 6.3.2 Amberlite XAD-2

Tomar una alícuota de pasta de resina acuosa (6.1.12) y colocarla en columnas de vidrio 200 mm x 20 mm (5.1.2); llenar hasta formar un lecho de 10 cm de altura. La resina se prepara lavando sucesivamente con 100 mL de acetona (6.1.15), 100 mL de metanol (6.1.7) y 200 mL de agua. Las columnas se conservarán en acetona antes de su uso. Dispersar de nuevo el relleno de la columna invirtiendo ésta varias veces para asegurar una distribución uniforme. Eliminar el líquido sobrante antes del uso. (Después del uso, las columnas pueden regenerarse por el mismo procedimiento.)

## 7. PATRONES

### 7.1 Patrones de tetraciclina

Las disoluciones de tetraciclina (6.1.1/2/3) se conservarán en refrigeradores. Las disoluciones madres se prepararán cada semana y los patrones de trabajo el día en que vayan a utilizarse. En la Sección 10 del Manual de Calidad MC2 del Laboratorio de Bromatología se indican los procedimientos que habrán de aplicarse para manejar y preparar los patrones.

#### 7.2 Patrón concentrado (1 $\mu$ g/ $\mu$ L):

Añadir 20 mg de patrón de tetraciclina a 20 mL de metanol (6.1.7).

#### 7.3 Patrón intermedio (10 ng/ $\mu$ L):

Tomar 1 mL patrón concentrado (7.2) y diluir con agua a 100 mL.

#### 7.4 Patrón de trabajo (1 ng/ $\mu$ L):

Tomar 1 mL de 10 ng/ $\mu$ L (7.3) y diluir a 10 mL.

#### 7.4.1 Las disoluciones para marcado se prepararán en agua.

#### 7.4.2 Patrón HPLC (1 ng/ $\mu$ L) preparado en fase móvil HPLC.

Tomar 5 mL del patrón intermedio (7.3) y diluir a 50 mL.

Revisión pág. 1

8. PROCEDIMIENTO (\*Revisiones para muestras grasas infra)

- 8.1 Las extracciones se harán en partidas de hasta 8 muestras diarias.
- 8.2\* Pesar 10 g de tejido en lonchas finas o tomar 10 mL de leche y añadir 100 mL de amortiguador de succinato (6.2.1.1) en una botella centrífuga (5.2.8). Colocar en un baño ultrasónico (5.2.4) unos 3 minutos. Homogeneizar (5.2.1) unos 2 minutos y centrifugar (5.2.3) unos 5 minutos a 14 r.c.f.
- 8.3\* Filtrar el sobrenadante con un filtro de papel Whatman 541 (5.2.6) y cargar en una columna preparada con Sepharose quelante (6.3.1).
- 8.4 Dejar tiempo suficiente para que el producto filtrado se absorba en el gel de Sepharose y lavar la columna sucesivamente con 10 mL agua, 30 mL metanol (6.1.7) y 2 x 10 mL agua (la velocidad de flujo no excederá de 2mL/min.).
- 8.5 Pasar por la columna 40 mL amortiguador EDTA-succinato (6.2.2) y luego otros 10 mL amortiguador EDTA-succinato. Lavar la columna con 2 ml agua y luego recoger y mezclar ambas fracciones.
- 8.6 Cargar directamente las fracciones de EDTA-succinato en una columna de resina XAD preparada (6.3.2). Dejar que el extracto se absorba en la resina.
- 8.7 Pasar por la columna 2 x 100 mL agua y descartar eluido. Pasar por la columna 100 mL metanol (6.1.7) (4mL/min). Descartar los 10 primeros mL de eluyente y recoger el resto.
- 8.8\* Reducir el metanol a pequeño volumen mediante evaporación por rotación y transferir cuantitativamente el extracto a un matraz en forma de pera (5.1.5) con 3 x 2 mL de metanol (6.1.7).
- 8.9\* Añadir unos 50  $\mu$ L de disolución de ácido b-mercaptopropiónico al 5% (6.2.6) al residuo y eliminar el metanol por evaporación por rotación (5.2.5) (temperatura  $40 \pm 5^\circ\text{C}$ ). La adición de acetonitrilo en esta etapa facilitará la evaporación.
- 8.10\* Disolver de nuevo el residuo en 0,5 mL de fase móvil HPLC (6.2.4). Tener cuidado de asegurar la recuperación completa del residuo de la muestra. Para que el residuo se disuelva se utilizará tanto la mezcla vortical (5.2.2) como el ultrasonido (5.2.4). Transferir el extracto a la redoma del automuestreador (5.1.8).
- 8.11\* La HPLC se realiza con 10  $\mu$ L de extracto.

Procedimiento revisado para muestras grasas (carne en lata)

- 8.2.1 Pesar 2 g de tejido en lonchas finas y añadir 100 mL amortiguador de succinato (6.2.1.1) y proseguir como en 8.2.
- 8.3.1 Filtrar 50 ml de sobrenadante con filtro de papel Whatman 541 (5.2.6) y cargar en una columna preparada con Sepharose quelante (6.3.1).
- 8.8.1 Reducir el metanol a pequeño volumen por evaporación rotatoria y añadir acetonitrilo (5-10 ml) para facilitar la evaporación hasta desecación. Transferir cuantitativamente el extracto a un tubo de ensayo cónico de 10 ml con 4 x 2 mL (5.1.10) de acetonitrilo (6.1.9).
- 8.9.1 Colocar los tubos de ensayo en un dri-block de aluminio (5.2.10) a  $40 \pm 5^\circ\text{C}$  y evaporar el acetonitrilo bajo un chorro de nitrógeno.
- 8.10.1 Disolver de nuevo el residuo en 0,2 mL de fase móvil HPLC (6.2.4) y proseguir como en 8.10.
- 8.11.1 La HPLC se realiza con 20  $\mu$ L de extracto.

## 9. INTERPRETACION DE LOS DATOS CROMATOGRAFICOS

### 9.1 Identificación del analito

La identificación de las tetraciclinas se efectúa comparando los tiempos de retención del compuesto patrón, ya sea como patrones de referencia o en muestras marcadas, con los de picos análogos en la muestra.

En caso de duda, las muestras positivas sospechosas podrán sobremarcarse con una de las tetraciclinas patrón para medir el grado de co-cromatografía.

Podrá utilizarse demeclociclina (u otra tetraciclina) como patrón interno para establecer los tiempos de retención relativos y como medida de la recuperación.

### 9.2 Cálculo de los resultados

#### 9.2.1 Selección

Se realizarán como mínimo 3 inyecciones ( $10 \mu\text{L}$ ) de tetraciclina patrón ( $1 \text{ ng}/1\mu\text{L}$ ) para determinar el tiempo de retención y la altura media de los picos (inyección de  $10 \text{ ng}$  = concentración del tejido de  $50 \text{ ng/g}$  o ppb). La concentración de la muestra (ng/g o ppb) viene dada por:

$$\frac{\text{Altura del pico de la muestra}}{\text{Altura del pico del patrón tejido patrón}} \times 50 \quad (\text{conc. patrón como ng/g conc.})$$

#### 9.2.2 Positivos

Todos los positivos sospechosos deben repetirse por duplicado. Deberá formarse una curva completa de patrones (5 patrones inyectados por triplicado) en el intervalo estimado de concentración de las muestras sospechosas. El patrón inferior será igual a cero y el superior un 10 por ciento mayor que la concentración más alta estimada a partir del resultado de la selección. Deberá hacerse una corrección para tener en cuenta la recuperación (véase 9.2.2.1).

##### 9.2.2.1 Corrección para tener en cuenta la recuperación

La recuperación del analito se determina durante el nuevo análisis incluyendo en cada partida muestras en blanco (duplicado mínimo) marcadas con tetraciclinas en un nivel similar a la muestra estimada a partir del resultado de la selección. La concentración de la muestra se ajustará multiplicando por 100 y dividiendo por X, donde X es el porcentaje de recuperación media para esa partida, obtenido a partir de las muestras marcadas.

#### 9.3 Notificación de los datos

Deberán registrarse todos los datos cualitativos y cuantitativos (Sección 10 del Manual de Calidad MC2 del Laboratorio de Bromatología). En los informes finales, el NIVEL DE ACCION (concentración de analito observada en una muestra aislada) en que es necesario un nuevo análisis variará según el programa. En general los programas de supervisión comportarán límites basados en los límites máximos para residuos (LMR), pero éstos deberán ser confirmados por el director del proyecto y el director técnico antes de iniciar el análisis. Salvo petición en contrario, todos los resultados deberán corregirse para tener en cuenta la recuperación. En los informes se indicará inequívocamente si los resultados se han corregido o no.

## 10. PROCEDIMIENTOS DE GARANTIA DE LA CALIDAD

### 10.1 Validación del método antes de su uso

Cuando un analista vaya a utilizarlo por vez primera, el método deberá validarse íntegramente respecto de su repetibilidad y reproducibilidad en el laboratorio. El procedimiento completo se aplicará a una misma partida de muestras en tres días distintos. Cada partida consistirá en un tejido en blanco conocido, dividido en un mínimo de cinco muestras en blanco. Cuatro de ellas se marcan a un nivel apropiado (establecido por el director del proyecto), que normalmente será de 0,05 mg/kg (500  $\mu$ L de un patrón de trabajo de 1 ng/1 $\mu$ L; 7.4). La muestra restante se utilizará como blanco de referencia.

Deberá llevarse a cabo una validación completa para todos los tipos de muestra distintos de los especificados en la introducción y respecto de los cuales no existan registros anteriores de validación.

Cuando se reanude el método después de una interrupción, deberá validarse en una partida como mínimo antes de proceder a su aplicación. La recuperación del analito estará comprendida entre el 50 y el 110 por ciento. Los valores de CV serán inferiores al 15 por ciento por lo que respecta a la precisión entre partidas y dentro de cada una de éstas.

### 10.2 Control de calidad del método de selección

Como referencia para el control de calidad, cada partida deberá contener siempre:

10.2.1 una muestra marcada con tetraciclina, clorotetraciclina y oxitetraciclina a un nivel de 0,05 mg/kg. Si la recuperación del analito de la muestra marcada no está comprendida dentro del intervalo aceptable (definido en 10.1 supra), se rechaza la partida.

O bien,

10.2.2 podrá utilizarse demeclocicicina (u otra tetraciclina) como patrón interno en todas las muestras como medida de la recuperación durante la extracción. La recuperación de demeclocicicina de las muestras marcadas no será inferior al 40 por ciento ni superior al 110 por ciento. Cuando se observe que la recuperación no está comprendida dentro de este intervalo, se rechazará la partida. Cuando se encuentra un positivo sospechoso, existe la posibilidad de que los productos de la descomposición (en particular de la clorotetraciclina) interfieran en el pico de la demeclocicicina. Si esto sucede, se llevará a cabo un análisis múltiple utilizando una tetraciclina alternativa (normalmente oxitetraciclina) como patrón interno.

### 10.3 Control de calidad del método para el análisis múltiple

Se marcan dos muestras en blanco con tetraciclina, clorotetraciclina y oxitetraciclina a un nivel apropiado (véase 9.2.2.1). Si la recuperación de analito de la muestra marcada no está comprendido dentro del intervalo aceptable (definido en 10.1 supra), se rechaza la partida.

### 10.4 Límite de determinación

Se considera que el límite de determinación cuantitativo es el nivel más bajo en que se ha validado el procedimiento con las muestras marcadas. Este nivel puede variar según el tipo de muestra, pero tanto en despojos como en músculo se ha demostrado un nivel de 0,010 mg/k para la tetraciclina, la clorotetraciclina y la oxitetraciclina.

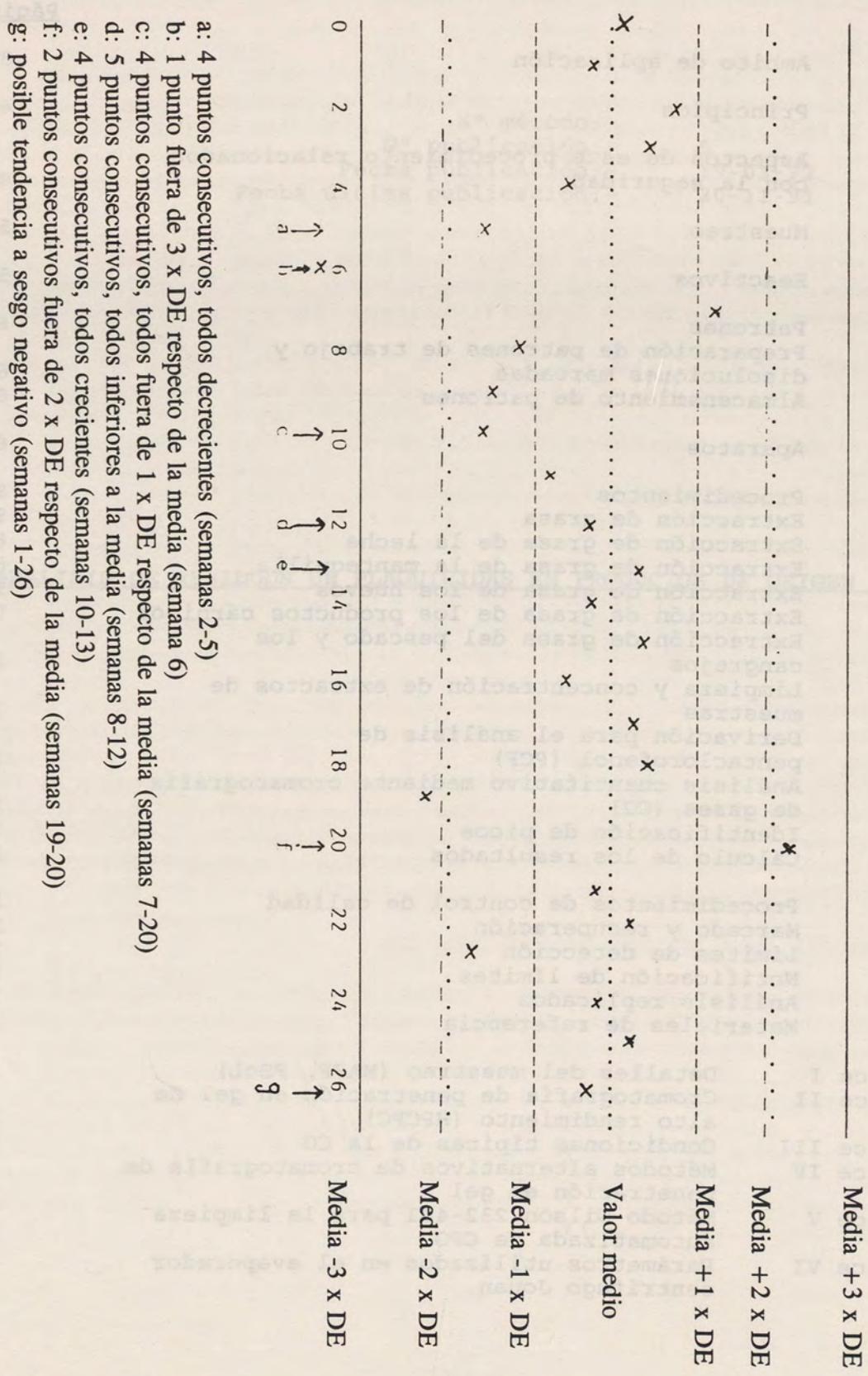


Nº método:- Plag. 5  
 Nº publicación:- 5  
 Fecha publicación:- 19-03-92  
 Fecha última publicación:- 20-11-91

## INDICE

	<u>Página</u>
1. Ambito de aplicación	3
2. Principios	4
3. Aspectos de este procedimiento relacionados con la seguridad	4
4. Muestreo	5
5. Reactivos	5
6. Patrones	6
6.1 Preparación de patrones de trabajo y disoluciones marcadas	6
6.2 Almacenamiento de patrones	6
7. Aparatos	6
8. Procedimientos	8
8.1 Extracción de grasa	8
8.1.1 Extracción de grasa de la leche	8
8.1.2 Extracción de grasa de la mantequilla	8
8.1.3 Extracción de grasa de los huevos	9
8.1.4 Extracción de grasa de los productos cárnicos	9
8.1.5 Extracción de grasa del pescado y los cangrejos	10
8.2 Limpieza y concentración de extractos de muestras	10
8.3 Derivación para el análisis de pentaclorofenol (PCF)	11
8.4 Análisis cuantitativo mediante cromatografía de gases (CG)	12
8.4.1 Identificación de picos	12
8.4.2 Cálculo de los resultados	12
9. Procedimientos de control de calidad	13
9.1 Marcado y recuperación	13
9.2 Límites de detección	13
9.3 Notificación de límites	13
9.4 Análisis replicados	13
9.5 Materiales de referencia	14
Apéndice I Detalles del muestreo (MAFF, FSCL)	15
Apéndice II Cromatografía de penetración en gel de alto rendimiento (HPCPC)	16
Apéndice III Condiciones típicas de la CG	17
Apéndice IV Métodos alternativos de cromatografía de penetración en gel	20
Apéndice V Método Gilson 232-401 para la limpieza automatizada de CPG	22
Apéndice VI Parámetros utilizados en el evaporador centrífugo Jouan.	23

Gráfico de control donde se muestran características reveladas por análisis semanales de material de referencia interno que hacen necesarias medidas de GC (ejemplo)



- a: 4 puntos consecutivos, todos decrecientes (semanas 2-5)
  - b: 1 punto fuera de  $3 \times \text{DE}$  respecto de la media (semana 6)
  - c: 4 puntos consecutivos, todos fuera de  $1 \times \text{DE}$  respecto de la media (semanas 7-20)
  - d: 5 puntos consecutivos, todos inferiores a la media (semanas 8-12)
  - e: 4 puntos consecutivos, todos crecientes (semanas 10-13)
  - f: 2 puntos consecutivos fuera de  $2 \times \text{DE}$  respecto de la media (semanas 19-20)
  - g: posible tendencia a sesgo negativo (semanas 1-26)

**Autorización para utilizar un POE (ejemplo)**

**HOJA DE REGISTRO DE AUTORIZACION/ACEPTACION**

Proyecto: ANALISIS DE RESIDUOS DE MEDICAMENTOS VETERINARIOS

Método: \_\_\_\_\_  
(MAYUSCULAS)

Nombre del analista: \_\_\_\_\_  
(MAYUSCULAS)

En mi calidad de Director Técnico, declaro que el analista susodicho ha recibido la capacitación adecuada para aplicar el método mencionado con anterioridad, ha realizado ensayos con este método a mi entera satisfacción y, en mi opinión, es plenamente conocedor del método en cuestión y está en condiciones de aplicarlo conforme a las normas establecidas en los Manuales de Calidad del Laboratorio.

Nombre del Director Técnico del Proyecto: \_\_\_\_\_  
(MAYUSCULAS)

Firma: \_\_\_\_\_ Fecha: \_\_\_\_\_

Fecha del examen: \_\_\_\_\_

Declaro que he recibido capacitación en el método mencionado con anterioridad y que me considero en este momento plenamente conocedor del método en cuestión y en condiciones de aplicarlo conforme a las normas en las que he sido capacitado, establecidas en los Manuales de Calidad del Laboratorio a los que tengo acceso en todo momento dentro del Laboratorio de Bromatología. Si en el futuro, por cualquier motivo, considerara no ser en ese momento plenamente conocedor del método o no estar en condiciones de aplicarlo conforme a las normas en las que he sido capacitado y/o las normas relativas al método que figuran en los Manuales de Calidad del Laboratorio, o no tuviera acceso a dichos Manuales, informaré de ello al Director Técnico del Proyecto a la mayor brevedad posible.

Nombre del analista: \_\_\_\_\_  
(MAYUSCULAS)

Firma: \_\_\_\_\_ Fecha: \_\_\_\_\_

*Esta ficha se conservará junto con el Registro de Capacitación apropiado, quedando una copia en poder del analista para su propio archivo. Otra copia se enviará al Director de Calidad.*

## Autorización para realizar análisis (ejemplo)

## Apéndice 7.3.2

FECHA PUBLICACION:  
N° PUBLICACION:  
PUBLICADO POR:

	LISTA POR NOMBRES ANA- METODO	FECHA EXAMEN	LISTA POR METODOS METODO	FECHA EXAMEN	LISTA POR METODOS METODO	FECHA EXAMEN
A	IVERMECTIN	5.6.93	BENZIMIDAZOLES	2	BENZIMIDAZOLES	2.4.94
A	TETRACICLINAS	10.12.93	BENZIMIDAZOLES	1	BENZIMIDAZOLES	1.10.94
B	BENZIMIDAZOLES	2.4.94	BENZIMIDAZOLES	3	BENZIMIDAZOLES	10.4.94
B	CLORANFENICOL	10.2.94	BENZIMIDAZOLES	7	CLORANFENICOL	7.10.94
B	IVERMECTIN	10.11.93	CLORANFENICOL	2	CLORANFENICOL	10.2.94
B	SULFAQUINOXALINA	12.12.94	CLORANFENICOL	4	CLORANFENICOL	3.12.93
B	SULFONAMIDAS	1.2.95	CLORANFENICOL	8	CLORANFENICOL	6.11.93
C	BENZAMIDAZOLES	1.10.94	IMIDOCARB	3	IMIDOCARB	6.5.95
C	CLORANFENICOLES	3.12.93	IMIDOCARB	7	IMIDOCARB	8.5.95
C	SULFONAMIDAS	2.1.95	IVERMECTIN	8	IVERMECTIN	5.6.93
C	IVERMECTIN	5.6.93	IVERMECTIN	2	IVERMECTIN	10.11.93
D	TETRACICLINAS	10.12.93	IVERMECTIN	1	IVERMECTIN	5.6.93
D	BENZIMIDAZOLES	10.4.94	LASALOCID	3	LASALOCID	10.4.94
E	CLORANFENICOL	6.11.93	LASALOCID	7	LASALOCID	6.4.94
E	IMIDOCARB	6.5.95	SULFAQUINOXALINA	6	SULFAQUINOXALINA	12.12.94
F	LASALOCID	10.4.94	SULFAQUINOXALINA	5	SULFAQUINOXALINA	3.5.94
F	SULFAQUINOXALINA	3.5.94	SULFONAMIDAS	4	SULFONAMIDAS	1.2.95
F	TETRACICLINAS	10.12.93	SULFONAMIDAS	8	TETRACICLINAS	2.1.95
G	BENZIMIDAZOLES	7.10.94	TETRACICLINAS	1	TETRACICLINAS	10.12.93
H	IMIDOCARB	8.5.95	TETRACICLINAS	6	TETRACICLINAS	10.12.93
H	LASALOCID	6.4.94	TETRACICLINAS	5	TETRACICLINAS	10.12.93

## Algunos proveedores de materiales de referencia certificados y patrones

### 1. Materiales de referencia certificados

Community Bureau of Reference (BCR)  
Commission of the European Communities  
Rue de la Loi, 200  
B-1049 BRUSSELS  
BELGIUM

Tel.: 2-295-3115  
Fax: 2-295-8072

International Atomic Energy Agency  
Wagrainerstrasse 5  
PO Box 100  
A-1400 VIENNA  
AUSTRIA

Tel.: 431 2360  
Fax: 431 234564  
Telex: 1-12645

National Institute for Standards and Technology  
Standard Reference Materials Programme  
Room 2014, Building 202  
GAIITHERSBURG, Maryland 20899  
USA

Tel.: 301-9756776  
Fax: 301-9483730

Reference Materials Advisory Service  
Laboratory of the Government Chemist  
Queens Road  
TEDDINGTON, Middlesex TW11 01Y  
ENGLAND, UK

Tel.: 81-943-7565  
Fax: 81-942-2767

National Research Council of Canada  
Marine Analytical Chemistry Standards Programme  
Division of Chemistry  
OTTAWA  
CANADA K1A 0R6

Tel.: 613-993-2359  
Fax: 613-993-2451

National Institute of Environmental Studies  
Japan Environmental Agency  
PO Yatabe  
Tsukuba  
IBARAKI, -305  
JAPAN

Tel.: 298-51-6111

## 2. Proveedores especializados de patrones

Prochem Ltd (Análisis de residuos de plaguicidas)  
PO Box 255  
ST. ALBANS, Herts AL1 4LN  
ENGLAND, UK Tel.: 727-833847  
Fax: 727-43395

Prochem GmbH (Análisis de macroelementos, de  
Postf 1246 microelementos y de oligoelementos)  
D-4230 WESEL  
GERMANY Tel.: 281-530081

British Greyhound Chromatography and Allied Chemicals (Análisis de plaguicidas, PCB y  
Grange Road West contaminantes ambientales)  
BIRKENHEAD Tel.: 51-653-3232  
Merseyside L43 4XF  
ENGLAND, UK Fax: 51-639-1846

Supelchem Ltd (Análisis ambientales, PCB, micotoxinas, patrones  
Supelco Chromatography Supplies relacionados con alimentos)  
Shire Hill  
SAFFROM WALDEN, Tel.: 799 513288  
Essex CB11 3AZ  
ENGLAND, UK Fax: 799 513283

Supelco  
Supelco Park  
BELAFONTE, Pa, 16823-0048 Tel.: 800-2476628  
USA Fax: 814-3593044

**Planes de comprobación de la competencia:  
Indice del Protocolo Armonizado Conjunto  
ISO/AOAC International/UIQPA**

Prefacio

1. Introducción
2. Definiciones
3. Organización (Protocolo) de los planes de comprobación de la competencia
  - 3.1 Estructura
  - 3.2 Organización
  - 3.3 Materiales de ensayo
  - 3.4 Frecuencia de la distribución de muestras de ensayo
  - 3.5 Establecimiento del resultado asignado
  - 3.6 Elección del método de análisis
  - 3.7 Evaluación del rendimiento
  - 3.8 Criterios relativos al rendimiento
  - 3.9 Notificación de los resultados
  - 3.10 Enlace con los participantes
  - 3.11 Connivencia y falsificación de los resultados
  - 3.12 Repetibilidad
4. Procedimiento estadístico generalizado para el análisis de los resultados - Enfoques del análisis de los datos en la comprobación de la competencia
  - 4.1 Estimaciones del valor asignado
  - 4.2 Formación de una puntuación-z
  - 4.3 Interpretación de las puntuaciones-z
  - 4.4 Puntuación alternativa
  - 4.5 Combinación de resultados de un laboratorio dentro de una ronda de ensayos
  - 4.6 Puntuaciones continuas
  - 4.7 Clasificación, jerarquización y otros tipos de evaluación de los datos sobre la competencia
5. Ejemplo de protocolo para un plan de comprobación de la competencia
6. Referencias

- Apéndice I: Epígrafes propuestos para un Manual de Calidad aplicable a la organización de planes de comprobación de la competencia
- Apéndice II: Procedimiento para comprobar la homogeneidad del material de ensayo
- Apéndice III: Procedimiento alternativo de puntuación para los planes de comprobación de la competencia
- Apéndice IV: Combinación de resultados de un laboratorio dentro de una ronda de ensayos
- Apéndice V: Cálculo de las puntuaciones continuas
- Apéndice VI: Ejemplo de cómo pueden especificarse y utilizarse los valores verdaderos y los valores fijados como objetivo.

Prochem Ltd

PO Box 255

ST ALBANS

Herts, UK

**Ejemplo de ficha de trabajo del analista****PRODUCTO:**

Nº lab.: Código fabricante: Fecha:

Peso neto (en gramos):

**Descripción:**

Grange Road West

BIRKENHEAD

Merseyside L43 4XF

ENGLAND UK

**Análisis que han de realizarse:**

Supelco Chromatography Supplies

Shire Hill

SAFFRON WALDEN

Essex CB11 3AZ

ENGLAND UK

Determinación Control Resultado(1) Resultado(2) Promedio

Almidón (%)

Grasa (%)

Humedad (%)

Ceniza (%)

**Conclusiones:**

Nombre del analista:

Firma:

Fecha:

Nombre del supervisor:

Firma:

Fecha:











Este libro es un manual práctico sobre el establecimiento de un programa de garantía de la calidad para un laboratorio químico de control de los alimentos

Su finalidad es garantizar que el laboratorio químico produzca resultados analíticos fiables y de alta calidad con una continuidad de documentación en la que se ofrezca una relación clara, exacta e indiscutible del análisis y en la que concuerden entre sí todos los segmentos. En 1991 se publicó un manual semejante sobre garantía de la calidad para un laboratorio microbiológico, como

documento de la serie Estudios FAO: Alimentación y Nutrición 14/12.

El Manual está destinado al personal analítico y de administración de laboratorios químicos, pero también las autoridades de reglamentación u otras personas interesadas pueden obtener de él información e ideas útiles acerca de los problemas que se plantean en el establecimiento y funcionamiento de un programa de garantía de calidad en un laboratorio químico de control de los alimentos

