OPTIMIZACIÓN DEL SISTEMA DE CALIDAD ANALÍTICA EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS DE AGUAS DE LA CARDER

MARTHA ISABEL LÓPEZ RUIZ

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
Manizales
2003

OPTIMIZACIÓN DEL SISTEMA DE CALIDAD ANALÍTICA EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS DE AGUAS DE LA CARDER

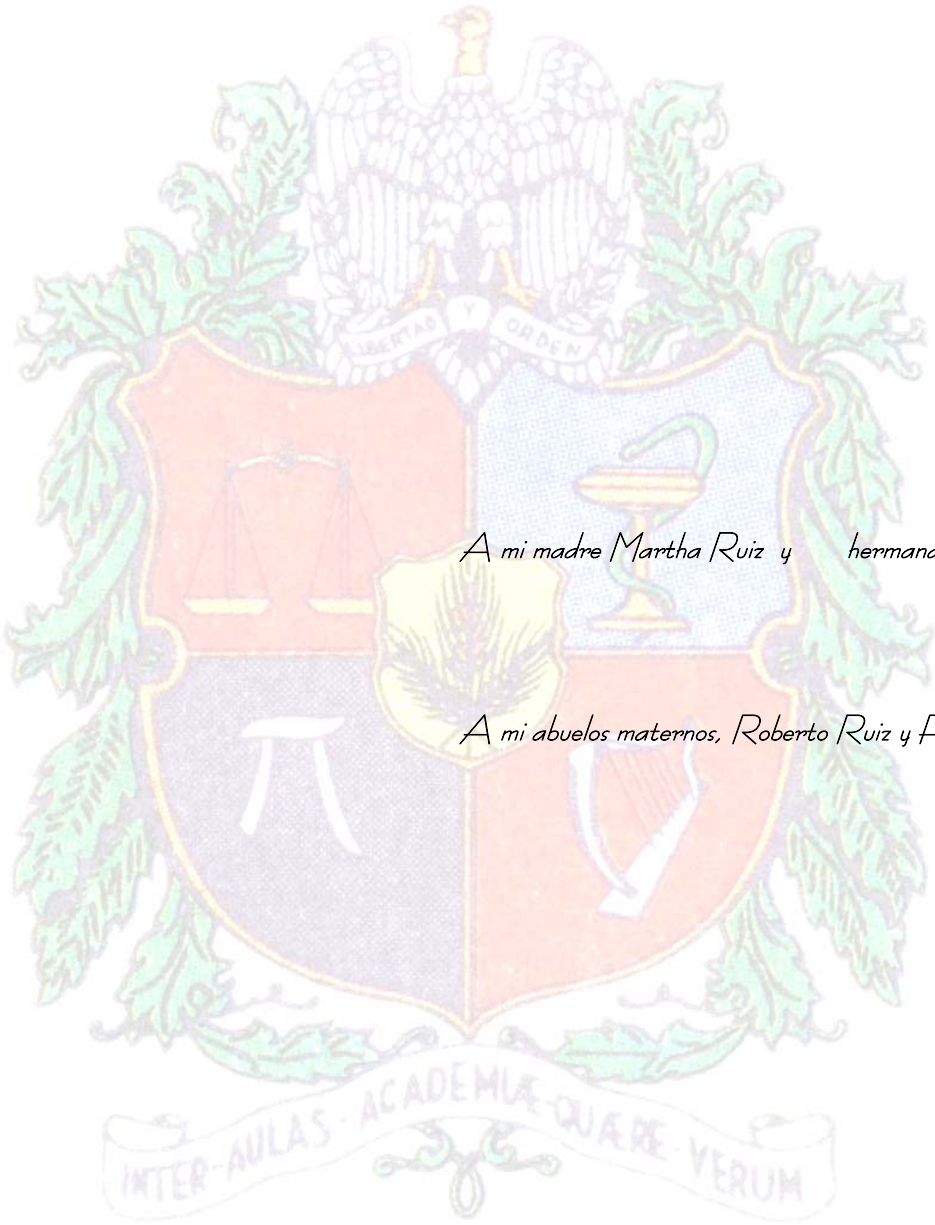
MARTHA ISABEL LÓPEZ RUIZ
Código 396034
Línea de profundización en Ingeniería Ambiental

Modalidad Pasantía

Directora
ADELA LONDOÑO CARVAJAL
Ingeniera Química

Director AD-HOC
ABELINO ARIAS CORTES
Ingeniero Sanitario

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
MANIZALES
2003



A mi madre Martha Ruiz y hermana Lorena

A mi abuelos maternos, Roberto Ruiz y Flor Arias

AGRADECIMIENTOS

Iniciar algo y terminarlo es de los retos mas grandes que se presenta en la vida, y es por aquellas personas que siempre están ahí para ayudarte, apoyarte y alentarte, que uno logra un objetivo tan grande como el de finalizar una carrera universitaria.

Agradezco a todas las personas que creyeron en mí y me acompañaron a lo largo de la carrera, en especial:

A William Martinez, por el empuje al principio.

Al Doctor Asdrúbal por haber compartido su experiencia y su tiempo; y lo mas importante, brindarme su amistad.

A mis directores de tesis Adela Londoño Carvajal y Abelino Arias Cortés , quienes su orientación no solo se limitó a este trabajo, sino también a temas de la vida profesional y de la vida misma.

A las personas de la Corporación que me prestaron su colaboración incondicionalmente; en especial a Rubén Darío, Victoria , Lina, Claudia y Jorge.

A mis amigos, Juan Carlos Cuervo, Indira Marcela Giraldo, Andrés Solarte , Angela Otálvaro, Catalina Cubides,, Luis Alpidio García, Mauricio Diaz (QEPD) y Carlos Andrés Correa, quienes se convirtieron en mi familia en Manizales, y con su apoyo y compañía me recuerdan el verdadero sentido de la amistad. Además de permitirme crecer con ellos.

CONTENIDO

PAG

INTRODUCCIÓN 11

RESUMEN 13

GLOSARIO 14

I. DIAGNÓSTICO DE LA SITUACIÓN ACTUAL DEL LABORATORIO CON RESPECTO AL SISTEMA DE CALIDAD 17

1. MARCO CONCEPTUAL 17

1.1. El Recurso Hídrico 17

1.2. La Institucionalidad Ambiental 19

1.2.1. LA ESTRUCTURA ORGANIZATIVA DEL SINA 19

1.3. Normatividad 21

1.4. Acreditación 22

1.5. Norma ISO/IEC 17025 23

1.5.1. CAMPO DE APLICACIÓN 24

1.5.2. REFERENCIAS NORMATIVAS 24

1.5.3. DEFINICIONES UTILIZADAS EN LA NORMA 24

1.5.4. REQUISITOS DE GESTIÓN 24

1.5.5. REQUISITOS TÉCNICOS 31

1.5.6. PRINCIPIOS 38

1.5.7. DOCUMENTACIÓN DEL SISTEMA 38

2. METODOLOGÍA 40
2.1. Fase 1 44
2.2. Fase 2 43
3. DIAGNOSTICO 44
3.1. Estado de Avance de la Acreditación. 44
3.2. Requisitos de Gestión 47
3.2.1. ORGANIZACIÓN 47
3.2.2. ORGANIZACIÓN OPERACIONAL DEL LABORATORIO 48
3.2.3. ASPECTOS A MEJORAR, CORREGIR O IMPLEMENTAR 48
3.2.4. SISTEMA DE CALIDAD 49
3.2.5. CONTROL DE DOCUMENTOS 50
3.2.6. REVISIÓN DE SOLICITUDES, OFERTAS Y CONTRATOS 50
3.2.7. COMPRA DE SERVICIOS Y SUMINISTROS 50
3.2.8. SERVICIO A CLIENTES 51
3.2.9. QUEJAS 51
3.2.10. CONTROL DE LA NO CONFORMIDAD DE PRUEBAS 51
3.2.11. ACCIONES CORRECTIVAS, PREVENTIVAS 51
3.2.12. AUDITORÍAS INTERNAS 51
3.2.13. REVISIONES POR PARTE DE LA DIRECCIÓN 52
3.3. Requisitos Técnicos 52
3.3.1. PERSONAL 52
3.3.2. UBICACIÓN (LOCALIZACIÓN) Y CONDICIONES AMBIENTALES 52
3.3.3. MÉTODOS DE PRUEBA Y CALIBRACIÓN 53
3.3.4. EQUIPO 55
3.3.5. TRAZABILIDAD DE MEDICIONES 55

3.3.6. MUESTREO 56

3.3.7. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS 57

DE PRUEBAS

3.3.8. REPORTE DE RESULTADOS 57

3.3.9. ASPECTOS GENERALES 57

II. AJUSTE DEL MANUAL DE ASEGURAMIENTO DE CALIDAD

A LA ISO 17025 Y VALIDACIÓN DE MÉTODOS 59

1. AJUSTE DEL MANUAL DE CALIDAD 59

1.1. Metodología 60

1.1.1. DATOS PRIMARIOS 60

1.1.2. DATOS SECUNDARIOS 61

1.1.3. PROCESAMIENTO DE LA INFORMACIÓN 62

1.2. Intervención en el Sistema de Calidad 63

2. VALIDACIÓN 64

2.1. Las Etapas de una Validación 66

2.1.1. DOCUMENTACIÓN 66

2.1.2. MONTAJE DE LA METODOLOGÍA 68

2.1.3. MEDICIONES INICIALES O PREVALIDACION 68

2.1.4. DEFINICIÓN DEL INTERVALO DE TRABAJO 69

2.1.5. ENSAYOS REPETIDOS 70

2.1.6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS 70

2.1.7. ELABORACIÓN Y PRESENTACIÓN DE DOCUMENTOS 73

III. PLAN DE ACCIÓN 80

2. Plan de ingreso a una red de ínter calibración. 88

PAG

CONCLUSIONES 90

RECOMENDACIONES 92

BIBLIOGRAFÍA 94

ANEXOS 98

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1: ACREDITACIÓN VS CERTIFICACIÓN
TABLA 2: ESTRUCTURA DE LA DOCUMENTACIÓN
TABLA 3: PREVALIDACIÓN
TABLA 4: EJEMPLO DE MUESTRAS
TABLA 5: CONCENTRACIONES EXPERIMENTALES DE SST OBTENIDOS DURANTE EL PROCESO DE VALIDACIÓN
TABLA 6: DESVIACIÓN ESTANDAR
TABLA 7: PARÁMETROS ESTADÍSTICOS OBTENIDOS DEL PROCESO DE VALIDACIÓN

INDICE DE ANEXOS

PAG

ANEXO A: Historia ISO 98

ANEXO B: Procedimiento de Acreditación de los laboratorios del SINA 101

ANEXO C: Lista de chequeo, requisitos Norma ISO/IEC 17025 109

ANEXO D: Lista de chequeo complementaria para Diagnóstico 126

ANEXO E: Organigrama CARDER 140

ANEXO F: Plano laboratorio de Análisis de Aguas de la CARDER 142

ANEXO G: Manual de control de calidad 144

ANEXO H: Manual de calidad 150

ANEXO I: Muestreos para la calidad del agua según la EPA y el CEPIS 195

ANEXO J: DEFINICIONES 242

ANEXO K: Protocolo estandarizacion de métodos analíticos 250

ANEXO L: Validación de sólidos suspendidos totales 262

INTRODUCCIÓN

El Laboratorio de Análisis de Aguas de la Corporación Autónoma Regional de Risaralda (CARDER) pertenece al Sistema Nacional Ambiental (SINA), los datos generados por los laboratorios inscritos a dicho sistema son utilizados por el Instituto de Hidrología, Meteorología y estudios Ambientales (IDEAM).

El decreto 1600 de 1994, nombra el IDEAM como ente certificador para los laboratorios que generan información ambiental. El programa de acreditación de laboratorios ambientales es un importante componente en el esfuerzo para asegurar la precisión de los datos analíticos usados por el IDEAM,

En el decreto 901 de 1 de Abril de 1997 y más específicamente en el artículo 18 se exige que la caracterización de las muestras deben ser realizadas por laboratorios normalizados, íntercalibrados y acreditados, convirtiéndose este en otra razón más, para acreditar el laboratorio.

Un laboratorio acreditado demuestra que tiene un sistema de calidad donde, su personal, sus instalaciones y equipos, sus métodos de prueba, sus archivos y reportes han sido evaluados, y la evaluación indica que el laboratorio tiene la capacidad de proveer datos exactos.

En el primer capitulo se hace un breve resumen del papel que cumple la Corporación en el sistema SINA y del significado de la acreditación; muestra una descripción de la organización del laboratorio y de sus instalaciones, para luego mostrar un diagnóstico del estado del laboratorio con respecto al cumplimiento de los requisitos dados por el IDEAM y la norma ISO 17025 (requisitos generales de competencia de laboratorios de ensayo y calibración).

Diagnostico que permitirá tomar las medidas necesarias para llevar a cabo una serie de tareas encaminadas a avanzar en el proceso de acreditación.

El sistema de calidad del laboratorio se encontraba documentado en el manual de calidad y manuales de procedimientos basados en la ISO 9000; en el siguiente documento se muestra la metodología utilizada para adecuar dichos manuales a la ISO 17025, además de la elaboración de otros documentos que no se tenían en el sistema.

La validación de métodos analíticos es un requisito importante que demuestra que los datos generados son científicamente bien realizados, utilizando una herramienta como la estadística para demostrarlo. En el segundo capitulo se muestra una metodología para utilizar en la planeación de las validaciones y se ejemplifica con la validación de SST.

Lograr la acreditación es un proceso costoso y largo que merece el esfuerzo de toda la Corporación, para lograrlo deben seguirse en forma sistemática una serie de pasos que pueden estar escritos en un cronograma. Como producto de la pasantía, en el tercer capitulo se presenta un plan de acción que puede ser la base para elaborar un cronograma que permita cumplir con los requisitos restantes y llegar a una etapa final de Auditoria Externa.

Resumen de Trabajo de Grado

CARRERA: INGENIERÍA QUÍMICA

1er. Apellido: LOPEZ **2o. Apellido:** RUIZ **Nombres:** MARTHA ISABEL

TÌTULO DE TRABAJO: OPTIMIZACIÓN DEL SISTEMA DE CALIDAD ANALÍTICO DEL LABORATORIO DE ANÁLISIS DE AGUAS DE LA CARDER

NOMBRE DE LA DIRECTORA DEL TRABAJO: INGENIERA QUÍMICA ADELA LONDOÑO CARVAJAL

NOMBRE DEL DIRECTOR AD-HOC: INGENIERO SANITARIO ABELINO ARIAS CORTÉS

RESUMEN DEL CONTENIDO

El Laboratorio de Análisis de Aguas de la CARDER se encuentra inscrito al SINA (Sistema Nacional Ambiental) y por reglamentación debe ser acreditado. Con este trabajo se procura lograr el avance del Laboratorio de Análisis de Aguas de la CARDER (Corporación Autónoma Regional de Risaralda) en el proceso de acreditación. El trabajo se divide en tres capítulos:

En el primero se muestra un diagnóstico del estado de avance del Laboratorio de Análisis de Aguas de la CARDER con respecto al cumplimiento de la ISO/IEC 17025 (Requisitos generales de competencia de laboratorios de ensayo y calibración)

Con base en el diagnóstico, el segundo capitulo se describe la metodología utilizada para adecuar el Manual de Aseguramiento de la Calidad con los requisitos de la ISO 17025 y se enumera los documentos generados.

Por otro lado, se muestra la metodología para elaborar un plan de validaciones y se ejemplifica con la validación de Sólidos Suspendidos Totales.

Y en el tercer capitulo se dan las directrices para lograr la acreditación por medio de un plan de acción, basado en el diagnostico del capitulo 1 y en las actividades realizadas en el segundo capitulo.

PALABRAS CLAVES: ACREDITACIÓN, CARDER, CALIDAD, ISO 17025 LABORATORIO, MUESTREO, VALIDACIÓN.

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
Sede Manizales

Biblioteca Central

ABSTRACT

PROGRAM: CHEMICAL ENGINEERING

1st Last Name: LOPEZ **2nd Last Name:** RUIZ **Name:** MARTHA ISABEL

TITLE: OPTIMIZATION OF THE QUALITY SISTEM OF THE WATERS ANÁLYSIS LABORATORY OF THE CARDER

THE DIRECTORS NAMES: Eng. LONDOÑO CARVAJAL ADELA,

AD-HOC: Eng. ARIAS CORTÉS ABELINO

ABSTRACT

The Waters Analysis Laboratory of the CARDER is part of the SINA (Environmental National System) and for the regulation it should be normalized. With this work is hope to achieve the advance in the normalization process for the waters analysis laboratory. The work was split in three chapters.

The first shown diagnosis of the Waters Analysis Laboratory advance, with regard to the execution of the norm ISO/IEC 17025.

The second chapter describes the methodology used to adapt the manual of insurance of the quality with the requirements of the ISO 17025 and the documents generated. It's shown the methodology used to elaborate a validation plans and it is exemplified with the totals suspend solids.

In the third chapter are given the guidelines to achieve the certification with a action plan, based in the diagnosis of the chapter 1 and the activities done in the second chapter.

WORDS: QUALITY, CARDER, LABS, VALIDATION, ISO 17025, SAMPLING

GLOSARIO

1. ACREDITAMIENTO DE LABORATORIOS: Procedimiento mediante el cual se reconoce la competencia técnica y la idoneidad de organismos de certificación y laboratorios.

2. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD:Todas las actividades planificadas y sistemáticas implementadas dentro del sistema de calidad, y evidenciadas como necesarias para dar adecuada confianza de que una entidad cumplirá los requisitos de calidad.

3. CALIBRACIÓN: Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre valores indicados por un instrumento o valores representados por una medida material y el correspondiente valor conocido como una medida.

4. CERTIFICACIÓN: Acción mediante la cual una tercera parte testifica que un sistema/ producto/ servicio/ persona/ cumplen los requisitos especificados.

5. DATOS PRIMARIOS: son aquellos que se obtienen directamente a partir de la realidad misma, sin sufrir ningún proceso de elaboración previa.

6. DATOS SECUNDARIOS: son registros escritos que proceden también de un contacto con la práctica, pero que ya han sido recogidos, y muchas veces procesados, por otras personas.

7. ENSAYO: Operación técnica que consiste en la determinación de una o mas características o desempeño de un producto, material, equipo, organismo,

fenómeno físico, proceso o servicio, de acuerdo con un procedimiento específico dado.

8. ENSAYOS DE COMPETENCIA: Determinación del desempeño de laboratorios de calibración o ensayo por medio de comparaciones interlaboratorios.

9. GESTION DE CALIDAD: Actividades coordinadas para dirigir y controlar una organización en lo relativo a la calidad que operan a través del sistema de Calidad.

10. PATRÓN DE REFERENCIA: Patrón, generalmente de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, del cual se derivan las mediciones hechas

11. POLÍTICA DE CALIDAD: Las directrices y los objetivos generales de una organización con respecto a la calidad expresados de manera formal por la alta gerencia

12. SISTEMA DE CALIDAD: La estructura organizacional, los procedimientos, los procesos y los recursos necesarios para implementar la administración de la calidad.

13. TRAZABILIDAD: Propiedad del resultado de una medición mediante la cual ésta se puede relacionar con patrones apropiados, generalmente nacionales o internacionales a través de una cadena ininterrumpida de comparaciones.

14. VALIDACIÓN: Validación es la confirmación mediante el suministro de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista”

15. VERIFICACIÓN: Confirmación mediante examen y aporte de evidencia objetiva de que se han cumplido requisitos especificados.

I. DIAGNÓSTICO DE LA SITUACIÓN ACTUAL DEL LABORATORIO CON RESPECTO AL SISTEMA DE CALIDAD

El primer capítulo “Diagnóstico de la Situación actual del Laboratorio con respecto al Sistema de Calidad” está dividido en tres partes para su mejor entendimiento:

La primera alude a un marco conceptual donde se encuentra el papel que juega la Corporación Autónoma Regional de Risaralda en la Conservación del Recurso Hídrico y sus normativas, un resumen de la Importancia de la Acreditación de los Laboratorios Analíticos, en qué consiste y su piso jurídico.

En la segunda parte se muestra la metodología utilizada para realizar el Diagnóstico.

Y por último, el Diagnóstico, basado en los requerimientos de la ISO 17025.

1. MARCO CONCEPTUAL

1.1. El Recurso Hídrico

Los recursos naturales son bienes comunes, propiedad del estado, pero en la práctica es muy difícil su administración, control y protección lo cual hace que se perciban como de libre acceso; además, a razón de la aparente abundancia, se tiene la percepción de que la oferta ambiental es infinita, lo cual conlleva a su sobreexplotación.

Entre esos recursos naturales tenemos el AGUA, de la que si se fuera a hablar no bastarían las hojas para realzar su importancia en la vida de los seres humanos, es así como el desarrollo de las antiguas civilizaciones siempre se daba cerca de una fuente de agua, en ríos como el Tigris y el Eufrates (Mesopotamia), el Nilo (Egipcios), entre otros, por eso no es raro que nuestros ancestros en La América Indígena le rindieran culto al agua y le tuvieran sus propios Dioses.

El agua hace parte de nuestros recuerdos, de nuestra vida, va asociada al sentido de la belleza, al sentido de la tierra, sin ella no podemos vivir.

El instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales (IDEAM), reporta una oferta hídrica nacional oscila entre 57.000 metros cúbicos anuales por habitante, en épocas normales, y 26.000 metros cúbicos anuales en épocas de sequía. Pero una cosa son los indicadores promedio y otra la realidad particular de localidades y regiones, cuando se confronta la distribución espacial desigual de las fuentes de agua con respecto a los asentamientos humanos más densamente poblados.[1]

El crecimiento de la población, el desarrollo tecnológico ha traído como consecuencia el deterioro progresivo de las corrientes de agua, se contamina el medio ambiente porque es la forma más económica de deshacernos de los desechos sin tener en cuenta que se está atentando a la vida en el planeta.

En Colombia, el exministro del Medio Ambiente ha afirmado que el país lleva mas de 20 años bajo un régimen ambiental escribiendo e implementando normas de comando y control y hoy tiene las peores aguas del hemisferio occidental.[2]

---

[1] Política Pública para el sector de agua potable y saneamiento básico de Colombia. Augusto Ramírez Ocampo Exministro de desarrollo 1999.

[2] Verano, Eduardo (1997). “La regulación ambiental efectiva: un generador de empleo regional”.

Las razones anteriores motivan una pronta intervención del estado con una política ambiental adecuada que detenga o minimice el deterioro.

1.2. La Institucionalidad Ambiental

El SINA (Sistema Nacional Ambiental), institucionalizado por la ley 99/93. [3] se ha definido como el conjunto de orientaciones, normas, actividades, recursos, programas e instituciones que permiten la puesta en marcha de los principios generales ambientales contenidos en la ley del Medio Ambiente. Es un instrumento cuyas propuestas garantizan, para las futuras generaciones, la existencia de los recursos naturales en mejores condiciones a las actuales.

El SINA se considera una estrategia para la modernización de la gestión ambiental. Entendiéndose por Gestión Ambiental el manejo participativo de los elementos y problemas ambientales de una región determinada por parte de los diversos actores sociales mediante el uso selectivo y combinado de herramientas de planeación, jurídicas, técnicas, económicas, financieras y administrativas para lograr el adecuado funcionamiento de los ecosistemas y el mejoramiento de la calidad de vida de la población dentro de un marco de sostenibilidad.

1.2.1. LA ESTRUCTURA ORGANIZATIVA DEL SINA

La Ley define para los efectos ambientales la siguiente estructura en orden descendente[4]. Ministerio de Medio Ambiente (M.M.A.), Corporaciones Autónomas Regionales, Departamentos y Distritos o Municipios con sus responsabilidades y grados de gobernabilidad en el sistema y nuevas formas de relación entre los niveles nacional, departamental y local.

[3] Artículo 4 Ley 99 de 1993
[4] Artículo 4 Paragrafo Ley 99 de 1993

Se destacan en el ámbito regional, como entes de coordinación a las Corporaciones, dotadas con relativa autonomía administrativa y financiera, patrimonio propio y personería jurídica.

Entre sus funciones[5], se tiene:

- Ejercer la función de máxima autoridad ambiental en el área de su jurisdicción, de acuerdo con las normas de carácter superior y conforme a los criterios y directrices trazadas por el Ministerio de Medio Ambiente (M.M.A).
- Ejercer funciones de evaluación control y seguimiento ambiental de los usos del agua, el suelo, el aire y los demás recursos naturales renovables, lo cual comprenderá el vertimiento, emisión o incorporación de sustancias o residuos líquidos, sólidos y gaseosos, a las aguas en cualquiera de sus formas, al aire o a los suelos, así como los vertimientos o emisiones que puedan causar daño o poner en peligro el normal desarrollo sostenible de los recursos naturales renovables o impedir u obstaculizar su empleo para otros usos. Estas funciones comprenden la expedición de las respectivas licencias ambientales, permisos, concesiones, autorizaciones y salvo conductos.

En el plan de acción trianual de la Corporación Autónoma Regional de Risaralda (CARDER) 2001-2003, se atiende a esta última función con el programa: Gestión Ambiental del Recurso Hídrico[6], que considera el Agua como eje articulador de la Política Ambiental Nacional, Este programa se divide en dos frentes, Uno de los cuales es el de Gestión Sectorial del Recurso Hídrico.

El frente de la Gestión Ambiental Sectorial se orienta a controlar y racionalizar la demanda ambiental, a través de las funciones de evaluación, seguimiento y

[5] Artículo 31 Ley 99/93
[6] Plan de Acción CARDER 2001-2003 Pag 97

control al uso y aprovechamiento de los recursos naturales, apoyada en instrumentos técnicos, normativos, educativos, económicos.

Este frente se desarrolla a través de actividades como: monitoreo del recurso hídrico; otorgamiento de concesiones de aguas superficiales y subterráneas; control y seguimiento a vertimientos de aguas residuales industriales y domésticas; Aplicación de la tasa de uso y la tasa retributiva como un instrumento de apoyo al control;…

Operativamente es la Subdirección de Calidad Ambiental de la CARDER la encargada de efectuar los proyectos citados.

1.3. Normatividad

Como un mecanismo adicional para controlar la contaminación hídrica y con el fin de Concientizar y presionar a las personas para el uso racional del recurso no renovable y vital como es el agua; el M.M.A. expidió en 1997 el **Decreto 901** mediante el cual se establece el procedimiento para la implementación del cobro de las tasas retributivas por vertimientos puntuales. El **artículo 18,** del decreto anteriormente nombrado, con título: Análisis de las muestras, enuncia: “la caracterización a que se refieren los artículos anteriores, deberá ser adelantada por laboratorios debidamente **normalizados**, **intercalibrados y acreditados**, de conformidad con lo establecido en el Decreto 1600 de 1994, o las normas que lo modifiquen o sustituyan.

El Decreto **1600 de 1994, artículo 5º,** el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales –IDEAM- es la institución competente para promover, definir y concretar el acto de acreditación y certificación de los laboratorios cuya actividad esté relacionada con la producción de datos fisicoquímicos y bióticos del medio ambiente en toda la República de Colombia;

De conformidad con el **parágrafo 2° del artículo 5°, del Decreto 1600 de 1994**, los laboratorios que produzcan información cuantitativa, física y biótica para los estudios o análisis ambientales requeridos por las autoridades ambientales competentes, y los demás que produzcan información de carácter oficial relacionada con la calidad del medio ambiente y de los recursos naturales renovables, deberán poseer certificado de acreditación.

El IDEAM **expide la RESOLUCIÓN** No. 0059 DEL 28 DE ABRIL DE 2000
"Por la cual se regula el Sistema de Acreditación y Certificación de los laboratorios cuya actividad esté relacionada con la producción de datos fisicoquímicos y bióticos de la calidad del ambiente en Colombia, se establece el Procedimiento de evaluación y el valor de los gastos de administración que el IDEAM cobrará por la prestación de los servicios de evaluación "

La normatividad anteriormente expuesta es el marco jurídico para apoyar la Acreditación, sin embargo, a continuación se explicarán otras razones por las que el Laboratorio de Análisis de Aguas debe poseer un certificado de Acreditación.

1.4. Acreditación

La continua búsqueda de la satisfacción de las necesidades y requerimientos de los clientes, ha generado nuevos desarrollos en el campo empresarial, convirtiendo el aseguramiento de la calidad en una herramienta indispensable en la producción de bienes y servicios

La organización internacional de normalización (ISO) ha venido recogiendo las experiencias de empresas exitosas en la administración de la calidad, proceso que ha plasmado en una serie de estándares denominados SERIE ISO, los cuales han logrado reconocimiento y aceptación mundial y son conocidos como " Estándares sobre aseguramiento de la calidad". Ver Anexo A (Historia ISO).

La Acreditación demuestra que el laboratorio dispone de un sistema de gestión de la calidad, es técnicamente competente y es capaz de producir resultados técnicamente válidos, además:

- Garantiza la protección al consumidor
- Incide en los procesos de calidad y competitividad en la Organización
- Hace mas eficiente la utilización de la infraestructura nacional de pruebas

En el siguiente cuadro se muestra la diferencia entre Acreditación y Certificación

CERTIFICACIÓN	ACREDITACIÓN
Expedida por un ente certificador cuando una organización satisface los requisitos del sistema de gestión de calidad de ISO 9001	Expedida por un organismo acreditador cuando un laboratorio satisface los requisitos de Idoneidad técnica de la norma ISO/IEC 17025

TABLA 1: Acreditación vs Certificaciòn

1.5. Norma ISO/IEC 17025

Los lineamientos para la acreditación los dicta la norma ISO/IEC 17025 que son los requisitos para la Acreditación de Laboratorios de Pruebas y Ensayos. A continuación se muestra el resumen del contenido de la norma.

1.5.1. CAMPO DE APLICACIÓN

En el se hace un resumen de posibles instituciones en las que es aplicable la norma ISO/IEC 17025, incluyendo ejemplos y objetivo de la aplicación.

1.5.2. REFERENCIAS NORMATIVAS

Alude a las normas que se tomaron en cuenta para el desarrollo de la ISO 17025.

1.5.3. DEFINICIONES UTILIZADAS EN LA NORMA

Para propósitos de la presente norma, se aplican los términos y definiciones pertinentes proporcionadas en la NTC 3113 y el VIM[7]

1.5.4. REQUISITOS DE GESTIÓN

1.5.4.1. Organización y Gestión

1.5.4.1.1.*Responsabilidad legal*: identificable, parte de una entidad legalmente responsable.

1.5.4.1.2.*Organización y operación*: cumplir el Standard en todos lados de su operación.

1.5.4.1.3.*Responsabilidad de los lideres*: evitar posibles conflictos de interés.

1.5.4.1.4.*Personal*

a) Con autoridad y recursos necesarios para ejercer.

[7] VIM, International vocabulary of basic and general terms in metrology, publicado por BIPM, IEC, IFCC, NTC-ISO,IUPAC,IUPAP y OIML

b) Sin presión externa.

c) Políticas y procedimientos de protección del interés del cliente.

d) Políticas y procedimientos para evitar el involucrarse en actividades que disminuyan la confianza e imparcialidad.

e) Estructura definida y documentada de la organización y gestión.

f) Responsabilidad, autoridad e interrelación especificada de todo el personal de administración, operación y verificación.

g) Supervisión adecuada y competente del personal que lleva a cabo pruebas y/o calibraciones.

h) Gestión técnica: responsabilidad de las operaciones técnicas.

i) Designar un responsable de Calidad.

k) Denominar sustitutos para el personal clave.

1.5.4.2 Sistema de calidad

La gestión del laboratorio debe:

a) Establecer, implantar y mantener un Sistema de Calidad (SC) correspondiente al campo de aplicación incluyendo el tipo, rango, y cantidad de pruebas y/o calibraciones a ejercer.

b) Documentar sus políticas, sistemas, programas, procedimientos e instrucciones en la medida necesaria para poder garantizar la calidad de los resultados de pruebas/ calibraciones.

c) Definir y documentar sus políticas y metas que quiere lograr al implantar un SC (manual de calidad, establecer el estándar de desempeño a lograr y mantener, responsabilidades).

1.5.4.3 Control de Documentos

a) El laboratorio debe establecer y mantener procedimientos para el control de documentos (internos y externos) que forman parte de su documentación de calidad: reglamentos, estándares, otros documentos normativos, métodos de prueba y/o calibración, dibujos, especificaciones, instrucciones y manuales, en forma escrita o grabada en medios electrónicos.

b) Los documentos deben ser: revisados y aprobados, disponibles en todos lugares necesarios, revisados periódicamente, removidos cuando se vuelven obsoletos,retenidos por razones legales o para mantener el conocimiento.

c) Objetivo: Establecer un sistema de documentación que permita y facilite:

- La trazabilidad y rastreabilidad de los resultados analíticos,
- La mejora continua de la calidad de desempeño del laboratorio,
- La conformidad con la legislación y normatividad establecida

1.5.4.4 Revisión de licitaciones, cotizaciones y contratos

a) El laboratorio debe establecer y mantener procedimientos para la revisión de pedidos, ofertas y contratos. Las políticas y procedimientos para la revisión de cada uno de los contratos, así como los pedidos y ofertas que conducen a un contrato para pruebas y/o calibraciones deben asegurar que:

- Los requerimientos, incluyendo los métodos, están definidos, documentados y comprendidos adecuadamente.

- El laboratorio tiene la capacidad y recursos para cumplir con los requerimientos.

- El método adecuado está seleccionado para llevar a cabo las pruebas y/o calibraciones conforme a los requerimientos del cliente.

1.5.4.5.Contratistas (pruebas y calibraciones)

a) El contratista debe ser: competente, aprobado por el cliente, registrado en el laboratorio, siempre, el laboratorio es responsable del trabajo que el sub-contratado lleva a cabo, ante su cliente.

1.5.4.6 Compras

El laboratorio debe tener políticas y procedimientos para la selección y adquisición de servicios y suministros que podrían afectar la calidad de los servicios del laboratorio (por ejemplo, compra, recepción y almacenamiento de materiales relevantes)

1.5.4.7 Servicios al cliente

a) Cooperación particularmente en casos de cantidades grandes de pruebas/ calibraciones.
b) Acceso al laboratorio.
c) Información actual (atrasos, no-conformidades, etc.)
d) Retroalimentación para mejorar el Sistema de calidad (S.C)

1.5.4.8. Quejas, reclamaciones, preocupaciones

El laboratorio debe tener una política y procedimientos para poder resolver quejas recibidas del cliente o otras partes. Los registros de quejas deben ser conservados, de las investigaciones y acciones correctivas empleados por el laboratorio.

1.5.4.9. Control de pruebas y calibraciones no conformes

El laboratorio debe tener una política y procedimientos que puedan ser implantados siempre y cuando cualquier aspecto de la ejecución de pruebas y/o calibraciones no esté en conformidad con los propios procedimientos o los requerimientos acordados con el cliente.

Ejemplos que pueden ocurrir en varios pasos o lugares dentro del SC: Quejas del cliente, Control de calidad, Calibración de equipos y consumibles, certificados de calibración, Desempeño del personal; supervisión, Informe de resultados, Revisión de la gestión; auditorías internas y externas.

1.5.4.10 Acción correctiva

El laboratorio debe establecer una política y procedimiento, así como nombrar autoridades apropiadas para implantar acciones correctivas, siempre y cuando se haya identificado un desempeño no-conforme y desviaciones respecto a las políticas y procedimientos en el SC o en las operaciones técnicas.

El laboratorio debe documentar e implantar cualquier modificación requerida de los procedimientos operacionales que resulten de acciones correctivas.

1.5.4.11. Acción preventiva

La acción preventiva es un proceso pro-activo para identificar oportunidades de mejoramiento, más bien que reaccionar a problemas identificados o quejas.

1.5.4.12 Registros

El laboratorio debe establecer y mantener procedimientos para la identificación, colección, marcado, acceso, almacenamiento, mantenimiento y puesta a disposición de registros técnicos y de calidad.

Los registros de calidad deben incluir informes sobre auditorías internas y externas, revisiones de administración, así como registros de las acciones correctivas y preventivas.

Los registros deben ser:

a) Legibles
b) Almacenados cuidadosamente, seguros, confidenciales, protegidos contra deterioro y pérdida
c) Retenidos por un tiempo definido: El laboratorio debe retener: Datos originales y datos derivados, Datos suficientes para establecer un programa de auditoría, Registros de calibración, Registros de personal, una copia de cada informe de pruebas, y certificados de calibración

Para cada prueba o calibración, el registro debe contener información suficiente para facilitar, si es posible, la identificación de factores que afecten la incertidumbre y permitan repetir la prueba o la calibración, bajo condiciones lo más parecido o semejante posible al original.

Si en los registros ocurren errores, cada error debe ser marcado por una cruz, (“cruzado“), no borrado, no se hace ilegible, no se quita, sino poner el valor correcto al lado. Cada corrección debe ser firmada por la persona responsable de ella.

En el caso de correcciones de datos electrónicamente registrados, el laboratorio debe tomar medidas para evitar la pérdida o la modificación de datos originales.

1.5.4.13. Auditorías internas

El laboratorio debe llevar a cabo periódicamente, y de acuerdo con una agenda y procedimiento predeterminados, auditorías internas de sus actividades para verificar que sus operaciones siguen cumpliendo los requerimientos del SC y de este estándar.

El programa de auditoría interna debe dirigirse a todos los elementos del SC, incluyendo las actividades de pruebas y/o calibraciones.

Las Auditorías internas son responsabilidad del administrador de calidad, ejecutadas por personal calificado (e independiente),el ciclo de auditoría debe ser terminado en un año.

1.5. 4.14 Revisión por parte de la dirección

La administración del laboratorio con responsabilidad ejecutiva debe llevar a cabo periódicamente, y de acuerdo con una agenda y procedimiento predeterminados, la revisión de la administración del SC y de las actividades de prueba y/o calibración, para garantizar su capacidad y eficacia así como para implantar modificaciones necesarias o mejoras.

La revisión debe tomar en cuenta:

- Informes provenientes del personal ejecutivo, administrativo y de supervisión
- Los resultados de las auditorías, y acciones correctivas y preventivas
- Las evaluaciones de organismos externos
- Los resultados de pruebas interlaboratorios.
- Los cambios del tipo y la cantidad del trabajo ejecutado
- La retroalimentación por clientes, y quejas
- Otros factores relevantes para el SC.

1.5.5. REQUISITOS TÉCNICOS

1.5.5.1. Personal

La administración del laboratorio debe asegurar que todo el personal que opera equipo específico, lleva a cabo pruebas y/o calibraciones, evalúa resultados, aprueba y firma reportes de pruebas y certificados de calibración sea competente.

Otros aspectos importantes:

Supervisión, formación y capacitación, plazas permanentes con descripciones de puesto, documentación.

1.5.5.2. Ubicación y condiciones ambientales

Las condiciones de espacio y ambiente deben facilitar el desempeño correcto de pruebas y/o calibraciones.

El laboratorio debe asegurar que las condiciones de espacio y ambiente no afecten negativamente los resultados de pruebas y/o calibraciones.

El laboratorio debe monitorear, controlar y documentar las condiciones ambientales (esterilidad biológica, polvo, interferencias electromagnéticas, radiación, humedad, suministro eléctrico, temperatura, sonido, vibraciones). Las pruebas y calibraciones deben ser detenidas si las condiciones amenazan la precisión y exactitud de los resultados.

El laboratorio debe separar estrictamente las actividades analíticas no compatibles.

El acceso al laboratorio y el uso de sus áreas por personas ajenas debe ser controlado.

1.5.5.3. Métodos de prueba y calibración, incluyendo muestreo

1.5.5.3.1 *Generalidades*

El laboratorio debe utilizar métodos y procedimientos adecuados (y actualizados) para todas las pruebas y/o calibraciones a efectuar dentro de su campo de trabajo, incluyendo:
Muestreo, manejo, transporte, almacenamiento y preparación de los materiales por analizar y/o calibrar.

1.5.5.3.2. *Selección de métodos (analíticos y otros):* apropiados/adecuados

1.5.5.3.3. *Métodos no estandarizados*

Nota: Los nuevos métodos y procedimientos de prueba y/o calibración deben ser establecidos previamente a la realización de las pruebas y/o calibraciones, y deben contener por lo menos los siguientes datos:

a) Campo de aplicación
b) Descripción del tipo de material a ser probado o calibrado
c) Parámetros o magnitudes a determinar
d) Aparato, equipo, estándares de referencia y materiales de referencia requeridos
e) Condiciones ambientales necesarias y cualquier periodo de estabilización requerido
f) Descripción del procedimiento, que incluya:

- Colocación de marcas de identificación; manejo, transporte, almacenaje y preparación de los materiales.
- Verificaciones por llevar a cabo antes de iniciar el trabajo, comprobación de que el equipo funciona adecuadamente y, si es necesario, calibración y ajuste del equipo antes de cada utilización.

“Verificación es la confirmación mediante la aportación de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos especificados (ISO 9000:2000).

1.5.5.3.4 Validación de métodos

"Validación es la confirmación mediante el suministro de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista" (ISO 9000 :2000).

(Evidencia objetiva: Información que puede ser probada como verdadera, basada en hechos obtenidos por medio de observación, medición, prueba u otros medios).

Resultados de la validación de métodos, es decir, rango y exactitud de los valores obtenidos usando el método validado: Incertidumbre de los resultados, Límite de detección, Selectividad del método, Linearidad, Límite de repetitibilidad y/o reproducibilidad, Robustez frente a influencias externas y/o sensibilidad cruzada contra interferencias de la matriz de muestra y objeto de prueba.

1.5.5.3.5 *Cálculo de la Incertidumbre en la medición*

Un laboratorio de calibración debe tener procedimientos para calcular su mejor capacidad de medición: la más pequeña incertidumbre que el laboratorio puede lograr para una calibración.

Estos cálculos deben estar disponibles para rangos específicos y para todas las magnitudes y mediciones dentro de su campo de aplicación.

Nota: Normalmente, la incertidumbre real de medición es mayor que la mejor capacidad de medición, debido al comportamiento no-ideal de los objetos de calibración.

1.5.5.3.6. Control de datos

a) Los cálculos y transferencias de datos deben ser sujetos a exámenes adecuados de manera sistemática.

b) El uso de computadoras para adquirir, procesar, grabar, reportar, almacenar, y recuperar datos de pruebas y/o calibraciones: el laboratorio debe asegurar que:

- El software está documentado suficientemente detallado, y validado adecuadamente.
- Están implantados procedimientos de protección de la integridad de datos
- Las computadoras y equipo automático están operando bajo condiciones técnica y ambientalmente adecuadas.

1.5.5.4. Equipo

a) El laboratorio debe tener todo el equipo necesario - incluido equipo usado fuera del laboratorio - para poder llevar a cabo sus tareas.
b) El equipo debe tener especificaciones, precisión e instrucciones de operación.
c) Debe ser operado por personal competente y autorizado.
d) Cada parte del equipo que es relevante para la prueba y/o calibración debe estar registrada. El registro debe contener:

- Identidad, fabricante, identificación de tipo, número de serie, ubicación actual.
- Documentación de la calificación (cumplimiento de la especificación)
- Instrucciones del fabricante (instrucciones técnicas, manual de operación, localización).

- Fechas, resultados y copias de reportes y certificados de calibraciones, ajustes, criterios de aceptación, fecha de la calibración siguiente
- Mantenimiento, deterioro, modificación, reparación.

e) El laboratorio debe tener procedimientos y un plan para el manejo seguro, transporte, uso, almacenamiento y mantenimiento de equipo de medición.
f) Procedimientos de mantenimiento

1.5.5.5. Trazabilidad de Mediciones

1.5.5.5.1. *Requerimientos específicos*

Calibración es el proceso que establece como varía la respuesta de una medida respecto al parámetro a medir[8]

1.5.5.6 Muestreo

El muestreo requiere un plan y procedimientos, ambos disponibles en el lugar de muestreo.

El muestreo es un procedimiento definido por el cual se toma una parte de una sustancia, matriz, material o producto, como muestra representativa de un todo, para su utilización en pruebas y/o calibraciones.

El muestreo puede también ser requerido por la especificación (método) apropiada para la que la sustancia, matriz, material o producto deben ser probados o calibrados.

[8] CITAC Guide 1 International Guide to Quality in Analytical Chemistry, 1995

En algunos casos, p. ej., en análisis forenses, la muestra puede no especificarse como representativa sino que está determinada por la disponibilidad.

El plan de muestreo debería describir la distribución, extracción y preparación de una muestra o muestras de una sustancia, matriz, material o producto, para generar la información requerida.

1.5.5.7 Manejo y transporte de muestras para calibración y pruebas

El laboratorio debe tener procedimientos para el transporte, recepción, manejo, protección, retención, y/o disposición final de objetos de pruebas y/o calibración, incluyendo todas las provisiones necesarias para proteger la integridad de ellos.

1.5.5.8. Aseguramiento de la calidad de los resultados de pruebas y calibración

El laboratorio debe asegurar la calidad de los resultados mediante el monitoreo planeado y revisado de los resultados de pruebas y/o calibraciones. Eso incluye (pero no está limitado a) lo siguiente:

a) Esquemas de control interno de calidad usando técnicas estadísticas.
b) Participación en pruebas interlaboratorios
c) Uso regular de materiales de referencia estandarizados y/o control de calidad interna usando materiales de referencia secundarios
d) Pruebas repetitivas o calibraciones usando el mismo método u otros
e) Correlación de resultados para características diferentes de objetos

1.5.5.9. Reporte de resultados

El reporte de resultados debe tener al menos los siguientes datos:

a) Resultados con unidades de medida
b) Referencia al método de muestreo si es relevante para la validez y aplicabilidad de los resultados
c) Nombre, función/cargo, y firma de la persona responsable de la autorización del informe de prueba o certificado de calibración
d) Confirmación que los resultados se refieren unicamente al objeto de prueba y/o calibración

1.5.6. PRINCIPIOS

Los principios de la ISO/ IEC 17025 son los siguientes:

- Capacidad
- Responsabilidad
- Método científico
- Objetividad de los resultados
- Imparcialidad
- Trazabilidad de las mediciones
- Reproducibilidad del ensayo
- Transparencia del proceso

1.5.7. DOCUMENTACIÓN DEL SISTEMA

El sistema de calidad posee a su vez una estructura de la documentación que contienen los lineamientos y la evidencia del Sistema, como se muestra a continuación:

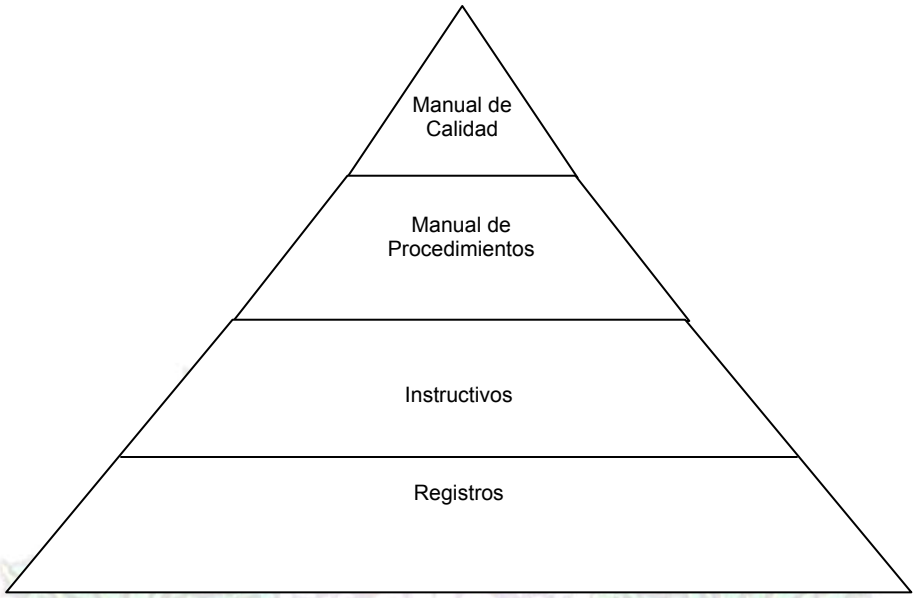


TABLA 2: Estructura de la Documentación

1.5.7.1. Manual de Calidad

Un documento que enuncia la política de calidad y que describe el sistema de calidad de una organización

El manual de calidad es el documento base del sistema de calidad, sus propósitos son:

- Comunicar el objetivo y la política de la alta dirección a su personal, clientes y vendedores
- Proyectar una imagen favorable de la corporación, ganar la confianza de los clientes.
- Infundir en los proveedores la necesidad de un aseguramiento de la calidad eficaz en relación con los suministros facilitados.
- Servir como norma autorizada de referencia para la implantación del sistema de calidad.

- Definir la estructura organizativa y la responsabilidad de los distintos grupos funcionales, así como establecer canales verticales y horizontales de comunicación en todos los asuntos relacionados con la calidad.
- Asegurar que las operaciones se realizan ordenadamente y en forma coordinada
- Formar a los funcionarios respecto a los elementos del sistema de la calidad y hacer que sean conscientes del impacto de su trabajo en la calidad global del producto final.
- Servir de base para las auditorías de la calidad.

En el se hace referencia a todos los demás manuales que lo acompañan, como lo son manuales de procedimientos, manual de seguridad, etc.

1.5.7.2. Procedimiento

Una manera especificada de efectuar una actividad

1.5.7.3. Registro

Un documento que suministra evidencia objetiva de las actividades efectuadas o de los resultados alcanzados

2. METODOLOGÍA

A continuación se describe la metodología utilizada para obtener el diagnostico del Sistema de Calidad del Laboratorio de Análisis de Aguas:

Fase 1

Insumos para el Diagnóstico

- Lista de Chequeo
- Reuniones
- Observación de los Análisis
- Acceso al Laboratorio
- Revisión Bibliográfica
- Revisión de Manuales
- Norma ISO/IEC 17025

Fase 2

Análisis de la Información y entrega de resultados

- Descripción del laboratorio: parte física y parte operacional
- Estado de avance de la Acreditación
- Sistema de Calidad
- Aspectos Generales
- Requisitos de Gestión
- Requisitos Técnicos

2.1. Fase 1

En primer lugar se hizo una revisión bibliográfica acerca del tema de calidad en los laboratorios y de los Antecedentes del Laboratorio de Análisis de Aguas en cuanto a su recorrido en el tema Acreditación

Como documentos guía para la elaboración del diagnóstico se tiene La Norma ISO 17025, resolución 059/2000 del IDEAM, los Decretos 1600/ y 901, y procedimiento de acreditación de los laboratorios del SINA (Anexo B)

Se revisó el manual de calidad, con respecto a los items de la Norma ISO 17025.Es importante señalar que esta revisión se hizo a partir del manual de calidad que existía en el Laboratorio, basado en la ISO 9000.

Para desarrollar la actividad de la revisión, se utilizó como instrumento una lista de chequeo, donde se incluyen todos los ítems que componen la ISO 17025; en sus capítulos: Gestión de Calidad y Requisitos Técnicos.

La lista de chequeo fue elaborada por el IDEAM y su aplicación fue realizada por el funcionario de dicha institución en visita de acompañamiento realizada el 17 de abril del año 2002.

Para diligenciar la lista de chequeo, se hizo una reunión con las personas que laboran en el laboratorio y un recorrido por todas las áreas que lo componen.

En el Anexo C, se encuentra una copia de la lista de chequeo con la que se hizo la revisión.

Como la lista de chequeo se diligenció a partir del manual de calidad se hizo una revisión complementaria de todos los manuales de procedimientos que acompañan al manual de calidad, En el anexo D se encuentra una lista complementaria de revisión de los requerimientos de la ISO IEC 17025 para el sistema de calidad, basada en las no conformidades y contenidos a mejorar o incluir en dichos manuales.

2.2. Fase 2

En una segunda fase, se hace un análisis de la información recopilada con las listas de chequeo, bibliografía y archivo y se decide mostrar un diagnóstico en el cual se presente factores como papel del laboratorio en la Corporación y su ubicación en el Organigrama y qué usuarios lo utilizan.

Luego se hizo un recuento de los esfuerzos que se han realizado para obtener la acreditación, lo que compone el estado de avance del laboratorio en el proceso de acreditación.

Y por último con base en las no conformidades y opciones de mejora con respecto a la ISO 17025 que se hallaron con las listas de chequeo se mostrará un diagnóstico dividido en dos macrocapítulos: *Requisitos de Gestión y Requisitos Técnicos.* Los cuales están contenidos en la norma y fueron brevemente explicados en los ítem: 1.5.4 y 1.5.5. respectivamente del presente capítulo. Para facilitar la visualización de los ajustes o correcciones a realizar en los manuales y medidas a tomar en el sistema de calidad, la descripción se hará en forma de viñetas.

NOTA

El diagnóstico se convertirá en el instrumento guía para llevar a cabo el segundo objetivo planteado en la propuesta: Ajustar el manual de Aseguramiento de la Calidad a la Norma ISO 17025.

El Diagnóstico se hace teniendo en cuenta que se va a solicitar en primera instancia la Acreditación de Cinco Parámetros a saber: pH, Conductividad, Sólidos Suspendidos Totales, Demanda Biológica de Oxígeno (DBO5) y Demanda Química de Oxígeno (DQO).

La escogencia de estos parámetros va ligada al Decreto 901, nombrado anteriormente, ya que el cobro de tasas retributivas se hace teniendo en cuenta las pruebas, DBO5 y SST, además, la adición de mas parámetros implica costo superiores para la Corporación, como se puede observar en el anexo B.

3. DIAGNOSTICO

El Diagnostico, dará las pautas para tomar las medidas correctivas en el sistema de calidad y proseguir con el Proyecto de Acreditación.

El Laboratorio de Análisis de Aguas emite resultados que son el soporte técnico del Grupo Evaluación, Seguimiento y Control Ambiental (GESCA), de la Corporación Autónoma Regional de Risaralda; Siendo este su mayor usuario (usuario interno). Adicionalmente, aunque en menor proporción, presta el servicio de análisis a usuarios externos.

En el Organigrama de la Carder se encuentra ubicado como dependiente del grupo GESCA. Ver Anexo E. Organigrama de la CARDER

El laboratorio emite resultados tanto para usuarios internos como externos, siendo los internos los de mayor demanda.

3.1. Estado de Avance de la Acreditación.

Dentro de las actividades realizadas para conocer el estado del arte del proceso de acreditación se asiste a la conferencia “Ajustes al proceso de acreditación” el 20 de marzo de 2002 en las instalaciones administrativas del IDEAM en Bogotá, donde se le dio una reactivación al tema Acreditación de laboratorios inscritos al Sistema Nacional Ambiental (SINA) y se informó de la visita de acompañamiento que se realizaría el 17 de Abril.

De los requisitos que se establecieron en la resolución 059 expedida por el IDEAM el 28 de Abril del 2001, para regular el sistema de acreditación y certificación del laboratorio se tiene que:

El laboratorio diligenció y remitió el formulario de acreditación para laboratorios ambientales ante el IDEAM.

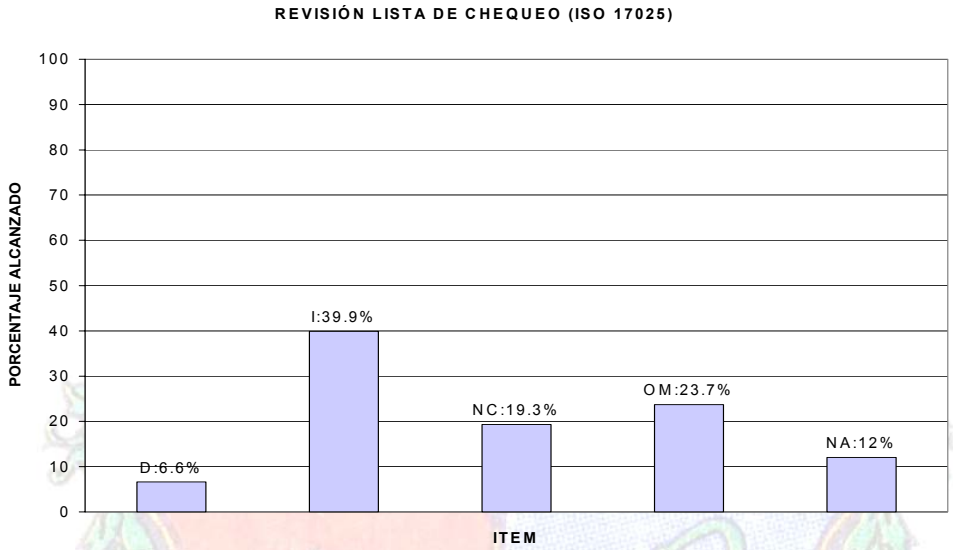
Ha participado en varios seminarios de acreditación dictados por el IDEAM
Remitió al programa de Físico Química Ambiental del IDEAM, el manual de aseguramiento de la calidad con lineamientos precisados en la Guía ISO IEC 9000.

El laboratorio está inscrito en la red del Sistema Nacional Ambiental (SINA).

Falta solicitar ante el IDEAM, la auditoría in situ que permita acreditar el laboratorio.

Para cumplir con los criterios de la auditoría debe estar implantado un sistema de calidad basado en la Norma ISO IEC 17025.

En el siguiente gráfico, se puede observar el estado del laboratorio, a partir de la revisión con la lista de chequeo.



Calificación	D	I	NC	OM	NA
Número	21	126	61	75	38
Porcentaje (%)	6.6	39.9	19.3	23.7	12.0

Calificación: D, I, NC, OM, NA
D = Proceso documentado de manera adecuada
I = Proceso implantado eficazmente
NC = No conformidad; no cumple los requerimientos
OM= Oportunidad de mejora; cumple parcialmente los requerimientos o puede causar dificultades posteriores
NA= No aplica

- El total de Ítems es de 316 (25 ítems están marcados con dos calificaciones y 14 ítems no se ubicaron en ninguna de las calificaciones).
- Con este valor se calculan los porcentajes.

Lo anterior indica que el estado de laboratorio está en un término medio, sumando el porcentaje del proceso documentado e implantado que sería 46.5% que es un poco mas alto que la suma de no conformidades y opciones de mejora 43%, siendo las tres no conformidades de mayor peso la carencia de: Jefe de laboratorio, validaciones y un control de calidad.

3.2. Requisitos de Gestión

Para no hacer muy extensivo y minucioso el documento, los requisitos de gestión (capítulo 4. norma ISO 17025) evaluados a continuación, son los más relevantes encontrados con la metodología.

3.2.1. ORGANIZACIÓN

3.2.1.1 Identificación del Laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder

Razón social:	Laboratorio de Análisis de Aguas de la Corporación Autónoma Regional del Risaralda - CARDER-
Representante legal:	Alberto Arias Dávila.
Dirección oficina:	Calle 24 N 7-29, pisos 5 y 6
Teléfono:	3354152 - 3343442
Dirección del Laboratorio:	Carrera 12 # 16E-132 Vía a la Florida
Teléfono Laboratorio:	3314459
Inicio de Labores:	Enero de 1987

3.2.2. ORGANIZACIÓN OPERACIONAL DEL LABORATORIO

Personal que lo conforma: 3 Personas

Jefe del Laboratorio	No hay
Operativos:	Tres: Bacterióloga, y dos Tecnólogas químicas
Otros:	Un vigilante y una auxiliar de servicios generales

3.2.2.1.. Organización Laboral

El grupo de trabajo que actualmente labora en el laboratorio se encuentra conformado por la Bacterióloga, Victoria Eugenia Bonilla y las tecnólogas químicas, Lina Marcela Uribe y Claudia Cristina Martinez. (Tiempos de servicio mayores a 8 años).

Las tres personas anteriormente nombradas son las responsables de atender todo lo correspondiente a los clientes y dar cumplimiento con los análisis de aguas. No se tiene un Coordinador de laboratorio. Sin embargo, su jefe inmediato es el Coordinador del GESCA.

3.2.3. ASPECTOS A MEJORAR, CORREGIR O IMPLEMENTAR:

3.2.3.1. Cadena de Custodia

No se ha implementado el seguimiento de las muestras dentro del laboratorio, hecho que amerita elaborar una propuesta para la cadena de custodia de las muestras, en la que se incluya: información de quien recibe las muestras, que análisis se hacen, cómo se almacenan, retención (registro y seguimiento de quien tiene la muestra), descarte, como se marcan las muestras y elaboración de

etiquetas. Identificación de la muestra y permanencia en el laboratorio, código de la muestra donde se clarifique la identificación de la muestra.

3.2.3.2. Acuerdo de confidencialidad

En el item 4.1.5. de la norma ISO 17025 apartado c y d "contar con políticas y procedimientos que aseguren la protección de la información confidencial de sus clientes y derechos de propiedad…" en el momento no existe ningún mecanismo para cumplir ese item y se recomienda elaborar un acuerdo de confidencialidad.

3.2.3.3 Otros

Hace falta incluir en el manual de calidad, manual de procedimientos o donde corresponda, medidas para designar:

- Reemplazos del personal técnico
- Estructura de la documentación del sistema de calidad
- Funciones y responsabilidades de la dirección técnica y de calidad.

3.2.4. SISTEMA DE CALIDAD

Al iniciar la pasantía se encontraba documentado un sistema de calidad basado en la ISO 9000, mas no implementado.

El sistema de calidad esta descrito en un manual de calidad, y 6 manuales complementarios a saber: procedimientos generales del sistema de calidad, procedimientos generales del laboratorio, procedimientos analíticos de laboratorio, procedimientos generales de recursos humanos, procedimientos generales de compras y manual de seguridad.

En el manual de calidad no existen políticas de confidencialidad, imparcialidad.

No se ha definido un responsable (s) del sistema de calidad, Ni se ha documentado la estructura de la documentación del sistema de Calidad.

3.2.5. CONTROL DE DOCUMENTOS

El Laboratorio de Análisis de Aguas de la CARDER, en su manual de calidad no posee política acerca del control de documentos, pero si tiene, en su manual de procedimientos generales del sistema de calidad, la metodología para el control de documentos, la cual no ha sido implementada.

Además de esto se encontró que:

a) Posee una lista maestra de documentos desactualizada.
b) No se tiene determinado quién tiene la responsabilidad de los documentos.
c) No se ha elaborado diagrama de flujo para garantizar que los protocolos se encuentren en el sitio de trabajo.
d) No se posee procedimiento para hacer enmiendas manuscritas.

3.2.6. REVISIÓN DE SOLICITUDES, OFERTAS Y CONTRATOS

El laboratorio posee un manual de compras, donde se describe el proceso revisión de contratos, el cual no es responsabilidad del laboratorio, puesto que este no maneja presupuesto propio, siendo la oficina de jurídica y secretaría general los responsables de celebrar contratos, sin embargo, el laboratorio participa en la modalidad de interventor.

3.2.7. COMPRA DE SERVICIOS Y SUMINISTROS

En el manual de calidad no se tiene política de compras. Existe un manual de compras y aunque allí se tiene un sistema de evaluación de proveedores no se ha implementado, No se tiene una lista de proveedores aprobados.

3.2.8. SERVICIO A CLIENTES

Como se había explicado anteriormente, el mayor cliente del laboratorio es la corporación, sin embargo, también se presta el servicio a personas externas. El mecanismo para tener acceso a los servicios de laboratorio se encuentra en el manual de procedimientos generales de laboratorio.
No se cuenta con una política de servicio al cliente en el manual de calidad

3.2.9. QUEJAS

No se cuenta con una política para resolución de quejas, aunque nunca se ha recibido una queja.

3.2.10. CONTROL DE LA NO CONFORMIDAD DE PRUEBAS

No se cuenta con una política clara con respecto a las no conformidades en el Manual de calidad, el procedimiento para resolución de no conformidades se encuentra en el manual de procedimientos generales, debe ser complementado y no se ha implementado .

3.2.11. ACCIONES CORRECTIVAS, PREVENTIVAS

En el manual de calidad no se involucran las acciones correctivas ni preventivas como parte de su política, el procedimiento no es claro y no se ha implementado.

3.2.12. AUDITORÍAS INTERNAS

El procedimiento para realizar las auditorías internas no es claro. En la Corporación no se tiene un responsable de las auditorías y por lo tanto nunca se han hecho. Hace falta capacitación en esta área.

3.2.13. REVISIONES POR PARTE DE LA DIRECCIÓN

En el manual de calidad existe una confusión entre la dirección del laboratorio y de la corporación.
No se tiene procedimiento para realizar revisión por la dirección, pero su mayor no conformidad es no poseer un director del laboratorio.

3.3. Requisitos Técnicos

3.3.1. PERSONAL

Se tiene un manual de personal donde se incluyen, procedimientos para capacitación, descripción de funciones, formación.
Al no haber un director de laboratorio no se tiene supervisión de las funciones, las personas que laboran en el laboratorio llevan más de 8 años laborando en dicho lugar.
Las hojas de vida son responsabilidad del jefe de personal, por lo que no se cuenta con ellas en el laboratorio sino, en la oficina de personal.

3.3.2. UBICACIÓN (LOCALIZACIÓN) Y CONDICIONES AMBIENTALES

Sus instalaciones son amplias, está dividido en áreas de trabajo, para minimizar los riesgos de contaminación de las muestras, así:

Áreas que componen el Laboratorio: Oficinas, ÁREA de Instrumental, Análisis fisicoquímicos, Análisis bacteriológicos, ÁREA de gases especiales, Almacén de reactivos y vidriería, Bodega para materiales y equipo de campo, Servicios sanitarios, Cocineta

El Laboratorio de Análisis de Aguas se encuentra ubicado sobre un lote de 2000 m² y tiene un área construida de 400 m² .(Ver plano #1. Anexo F).

El acceso al laboratorio es restringido, por medio de una portería donde se registra hora y nombre de la persona que visita el laboratorio.

En el manual de calidad no se incluye la política con respecto a este frente, el laboratorio no lleva registro de las condiciones ambientales.

3.3.3. MÉTODOS DE PRUEBA Y VALIDACIÓN

No se tiene política escrita en el manual de calidad. No se cuenta con procedimientos para realizar validaciones, llevar cartas de control ni medición de incertidumbre.

Ningún método se encuentra validado. ni se ha calculado la incertidumbre en ningún método.

La metodología analítica para las pruebas pH, DBO5, DQO, Conductividad y Sólidos Suspendidos Totales (SST), es la descrita en el Standard Methods.
Para realizar dichos procedimientos se cuenta con la infraestructura y conocimiento necesario que permite el montaje del mismo.

Como ya se había explicado antes, el estado de cada prueba se describirá nombrando sus no conformidades o carencias para cumplir con los requisitos técnicos de la ISO 17025. Esto con el fin de facilitar la corrección de los errores o implementar procedimientos.

3.3.3.1. pH método potenciométrico

No se llevan registros de calibración de pHmetro, no se tiene protocolo de pH en el lugar de trabajo, no se llevan cartas de control.

3.3.3.2. Conductividad

No se llevan registros de calibración, no se llevan cartas de control el protocolo de conductividad no se encuentra en el puesto de trabajo. Se reutilizan sustancias estándar, lo que contribuye a la contaminación de los reactivos.

3.3.3.3. DQO Método del Dicromato

No se marcan los tubos, lo que podría dar origen a confusiones de muestras, el protocolo de DQO no se encuentra en el sitio de trabajo. ni se llevan cartas de control.

3.3.3.4. DBO5

Esta prueba se realiza por el método de incubación; el oxigeno disuelto se determina por electrodo de membrana, sin embargo, se tiene la infraestructura necesaria para realizar el método yodométrico

No se tienen escritos los protocolos, ni se llevan cartas de control

3.3.3.5. Sólidos Suspendidos Método gravimétrico

El laboratorio cuenta con una balanza analítica de 4 decimales, la cual no se encuentra independiente de los demás equipos en el ÁREA instrumental y por ello está expuesta a corrientes de aire, contaminación ambiental, entre otras.

Para balanzas, el certificado de trazabilidad, no se incluye en los archivos de equipos.

3.3.4. EQUIPO

El laboratorio cuenta con todo el equipo necesario para realizar las pruebas, sin embargo, en el manual de calidad faltan políticas relacionadas con los equipos, insumos y servicios del laboratorio, a saber: adquisición, control de inventario, mantenimientos y calibración de equipos.

La ubicación de los equipos no se encuentra relacionada en el formato que se tiene de equipos.

No se tiene procedimiento para asegurar que los equipos se encuentren calibrados y que describa que medidas se toma cuando un equipo está fuera de servicio.

3.3.5. TRAZABILIDAD DE MEDICIONES

Se cuenta con un programa de mantenimiento preventivo de los equipos, donde se tiene en cuenta la calibración; sin embargo, nunca se ha calibrado el titulador automático.

El laboratorio cuenta con material de referencia, material de vidrio tipo A certificado, pero no tiene lista maestra de éste.

No se tienen escritas las instrucciones de uso y almacenamiento de los materiales de referencia a fin de prevenir la contaminación o deterioro y proteger su integridad.

3.3.6. MUESTREO

A pesar de que la Toma de Muestras no se acreditará, su importancia está implícita dentro del Sistema de Calidad, al tratarse de la primera etapa que se lleva a cabo para lograr unos resultados confiables de las muestras.

En este sentido, deben tenerse en cuenta los siguientes aspectos:

Los muestreos son programados por las personas que laboran en el laboratorio según su disponibilidad, más, este procedimiento no está documentado, ni se cuenta con una política para hacerlo.

La programación del muestreo no es estándar, aunque se ajusta a los programas del GESCA anuales.

No se cuenta con un plan de muestreo escrito y a los formatos les falta información como la ubicación con coordenadas de los sitios de muestreo, que tipo de muestreo se realiza, el tipo de efluente o afluente.

El protocolo de muestreo no se lleva a campo

Las personas que realizan el muestreo conocen el procedimiento, pues tienen una experiencia bastante amplia, en este aspecto, puesto que han realizado esta labor por varios años; sin embargo, en su manual de funciones no se encuentra descrita esta actividad, lo cual conlleva a que otras personas lo puedan realizar sin tener el suficiente adiestramiento y que no se implementen capacitaciones en este sentido.

Las personas que hacen el muestreo no conocen las políticas y demás que se tienen el sistema de calidad.

No existen formatos que permitan llevar un registro, para visita no efectiva, reporte de estado de la muestra y préstamo de suministros para la toma de muestras.

3.3.7. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS DE PRUEBAS

El laboratorio participa en pruebas de desempeño por medio de comparaciones interlaboratorios; sin embargo, no posee un programa de control de calidad, ni realiza cartas de control para las diferentes pruebas.

3.3.8. REPORTE DE RESULTADOS

Para entregar los resultados se cuenta con un formato estándar, el cual es firmado por las analistas involucradas en las pruebas.
En el Manual de Calidad (LAM), no se tiene una política que indique la posición del laboratorio frente al informe de resultados.

Faltan procedimientos para estandarizar el informe de resultados.

En el formato que se tiene actualmente para la entrega de resultados falta introducir el numeral: dirección del cliente

El informe debe tener un número secuencial, el cual debe aplicar para informes internos y para informes externos. lo cual no se ha implementado en el laboratorio.

3.3.9. ASPECTOS GENERALES

Otros aspectos que se deben tener en cuenta en el sistema de calidad

3.3.9.1. Eliminación de las Muestras: No se tiene tratamiento para los efluentes del laboratorio.

3.3.9.2. Seguridad Industrial

Como es sabido en un laboratorio donde se manejan tantas sustancias es indispensable tener un plan de contingencia y las medidas necesarias para garantizar la seguridad de las personas que laboran allí al igual que la seguridad de las personas que hacen el muestreo.

El laboratorio cuenta con un Manual de Seguridad, sin embargo, hace falta: documentar las políticas de laboratorio y la corporación con respecto a la seguridad industrial; elaborar de un plan de contingencia para brindar primeros auxilios (documentar lo que se tiene que hacer en caso de un accidente y contar con la logística adecuada); elaborar un plan de evacuación.

Teniendo en cuenta que la anterior revisión fue hecha a partir del Manual de Calidad en un tiempo muy reducido; En el anexo F se presenta una evaluación minuciosa de los diferentes documentos del sistema de calidad. (Lista de chequeo complementaria). Para facilitar su uso como instrumento clave en el ajuste de los manuales a la norma ISO/IEC 17025 está presentada en forma de listado con viñetas.

II. AJUSTE DEL MANUAL DE ASEGURAMIENTO DE CALIDAD A LA ISO 17025 Y VALIDACIÓN DE MÉTODOS

Luego de tener el diagnóstico, y de conocer el estado del arte del proceso de acreditación, se procede a realizar el ajuste del Manual de Aseguramiento de la Calidad, e iniciar el proceso de validación.

En este capítulo se describirán las actividades encaminadas a ajustar el Manual de Aseguramiento Calidad a la norma ISO 17025, mejorar el sistema de calidad e implementar las validaciones.

1. AJUSTE DEL MANUAL DE CALIDAD

Además de ajustar el Manual de Calidad se ajustaron los manuales de procedimientos que se analizaron en el Diagnóstico, con el fin de tener una documentación basada en la norma ISO/IEC 17025.

A continuación se muestra una lista de los documentos elaborados en la pasantía como resultado del ajuste del sistema de calidad a la norma ISO 17025 y su correspondiente codificación.

- Manual de Calidad (LAM)
- Manual de procedimientos generales del sistema de calidad (GCP)
- Manual de procedimientos generales de laboratorio (LAP)
- Manual de procedimientos analíticos de laboratorio (LAA)
- Manual de procedimientos generales de recursos humanos (DAR)

- Manual de compras (DACP)
- Manual de control de calidad (LACP)
- Los formatos respectivos de los procedimientos.
- Instructivos de DBO, DQO, SST, pH y conductividad.
- Informe de validaciones de pH, SST, Conductividad y Planes de validación de DQO y DBO.
- Muestreo Según la EPA y el CEPIS.

1.1. Metodología

Para realizar los ajustes a los manuales y redactar otros documentos concernientes al sistema de calidad se empleó una metodología no lineal, que emplea la compilación datos primarios y secundarios, como se muestra a continuación.

Estos datos son procesados y sirven como referencia para la elaboración de los documentos, como se explica más adelante.

1.1.1. DATOS PRIMARIOS

Como instrumentos metodológicos para recopilar datos primarios que pudieran servir para la elaboración de los ajustes a los manuales se empleó la observación simple y participante, entrevistas por pautas[9]. Como por ejemplo las siguientes actividades:

- El 11 de junio se realizó un viaje a Bogotá para conocer las instalaciones del laboratorio de Físico Química del IDEAM. Fue de gran ayuda pues

[9] El proceso de la Investigación, pag 167

proporcionaron amplia información acerca de los procedimientos estándar de operación y de las validaciones de los métodos.

- Se acompañó al personal de muestreo a muestreos en la Hacienda Gavilanes, dentro del programa de control de vertimientos, donde se pudo observar como se hace el muestreo y las mejoras que se pueden hacer.

- Se celebraron reuniones con las analistas, a las que se les pedía que hablaran sobre la forma como realizaban tareas de interés para el sistema de calidad, para luego organizarlo y documentarlo. En algunos casos como para la elaboración de los Procedimientos Estándar de Operación (PSO), se les solicitó que los escribieran.

- Se realizaron entrevistas a personas involucradas con el Sistema de Calidad, como es el caso del encargado de Compras y el Jefe de Personal, entre otros, a los cuales se le pedía que hablaran del procedimiento del cual son responsables.

El registro de la Observación y de las Entrevistas se hizo utilizando la Bitácora o cuaderno de campo donde se anotaban las experiencias de un modo más o menos organizado; en algunos casos, las personas entrevistadas hacían las anotaciones en ese cuaderno.

1.1.2. DATOS SECUNDARIOS

Los datos secundarios se recopilaron mediante las consultas: bibilográfica, de Internet, de documentos en archivo del laboratorio y disquetes, como se especifica a continuación.

- Para realizar el ajuste de los manuales se empleó una copia magnética de los antiguos manuales en la cual estaba el formato con que se presentan los manuales.

- Se hizo revisión de páginas web tales como la del IDEAM y Corporación Regional de Rionegro y Nare (corporación certificada) así como muchas otras incluidas en la bibliografía.

- Los ajustes a los manuales se basan en la corrección de las no conformidades, encontradas en el Diagnóstico, (Capitulo I y ANEXO D).

- Para la elaboración de instructivos, se empezó con una revisión de los manuales de equipos muchos de los cuales estaban en ingles y se hizo una traducción aproximada

- Por vía telefónica y correo electrónico, el IDEAM prestaba asesoría todo el tiempo; recurso que se ha utilizado a lo largo de la pasantía.

- Los ajustes de los manuales se hicieron basados en el diagnóstico (Capitulo I) y se llegó a la conclusión de que había que escribir un nuevo manual: El manual de control de calidad, junto con los formatos. En el Anexo G se adjunta el Manual de Control de Calidad y en el anexo H, el Manual de Calidad.

1.1.3. PROCESAMIENTO DE LA INFORMACIÓN

Cumpliendo con los requisitos de la 17025, utilizando los datos primarios y secundarios y aprovechando lo que ya se tiene en la Corporación, se hizo el ajuste de los manuales.

Se elaboraron instructivos que se deben mantener en el sitio de trabajo y que son mas resumidos que los Procedimientos Estándar de Operación (PSO).

1.2. Intervención en el Sistema de Calidad

Dado que una de las mayores no conformidades del sistema de calidad es que no se encuentran implementados sus procedimientos, se realizaron actividades encaminadas a mejorar el sistema de calidad, de acuerdo a lo encontrado en el diagnóstico.

Actividades como las siguientes:

- Al tener los resultados de la validación de Sólidos Suspendidos Totales, se implementó el control de calidad de la prueba con cartas de control según el rango, como se indica en el manual de control de calidad.

- Colaborar en la gestión de la compra del software estadístico procontrol y participar en la capacitación.

- Sugerir un tratamiento de los efluentes que se encuentra descrito en el manual de control de calidad.

- Estando en la etapa de ajuste de los manuales, en especial de la elaboración de los PSO, se encontró una información en Internet de Planes de Muestreo según el CEPIS (Centro Panamericano de ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente) y la EPA (Enviromental Protect Agency) , con el fín de dar un ejemplo de la implementación de capacitaciones internas, además de hacer una actualización en muestreo y poder comparar entre los

procedimientos implementados en la CARDER con respecto al CEPIS Y LA EPA. Se impartió una capacitación sobre muestreo (Ver Anexo I)

- Se entregaron dos cartas a la subdirección de calidad ambiental, una en la que se daba aviso de la no conformidad de no tener dentro de la Corporación personal con la función de muestreo, y otra con la solicitud de hacer la presentación de Gestión de Calidad al comité de Dirección con el fin ilustrar sobre la importancia de la Acreditación y de la creación del Comité de Calidad.

- El 2 de septiembre de 2002, se hizo una presentación ante el Comité de Dirección de La CARDER, de lo que es la GESTION DE CALIDAD y de la importancia de que la Entidad tenga un Comité de Calidad que implemente el Sistema de Calidad. Se considera que uno de los retos mas grandes de la Corporación es la implementación del Sistema y la sensibilización de las personas que hace parte de el para que sean concientes de las políticas y de lo que implica la Acreditación.

2. VALIDACIÓN

Para llevar a cabo las validaciones de DBO, DQO, SST, pH y Conductividad, no existía un procedimiento específico, y la literatura es confusa en cuanto a los términos que se utilizan, sin embargo, se optó por seguir el PSO elaborado por el IDEAM.(Anexo K)

Antes de realizar las validaciones se hizo un estudio de bibliografía como libros de Análisis estadístico y los informes de validaciones del laboratorio del IDEAM, que se convirtieron en los documentos estrella para realizar las validaciones junto con manuales de calidad del CEPIS donde se encuentra la preparación de las sustancias patrón.

Las Validaciones fueron realizadas por las analistas del laboratorio y la intervención de este trabajo fue en la elaboración de los planes de trabajo para desarrollarla y en la colaboración en análisis de datos.

Según la DIS ISO 17025: 5.2.5 Validación de métodos (I)

El laboratorio debe validar:

- Métodos no estandarizados
- Métodos elaborados/desarrollados en el laboratorio
- Métodos estandarizados si se los usa fuera de su rango de concentración intentado y validado
- Extensiones de métodos a otros analíticos.

El laboratorio debe registrar:

- Los resultados obtenidos
- El procedimiento usado para la validación, y
- Si el método validado cumple con los requerimientos de la aplicación intencionada

La validación que se hizo en el Laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder aplica para el segundo punto; aunque, se aplican los métodos estandarizados existe un protocolo para cada método adaptado específicamente para dicho laboratorio.

La validación que se hizo para las pruebas contiene los parámetros requeridos en el stándar methods pag 1.24.

A continuación se hará una descripción de cómo se hizo las validaciones de los 5 parámetros:

2.1. Las Etapas de una Validación

2.1.1. DOCUMENTACIÓN
2.1.2. MONTAJE DE LA METODOLOGÍA
2.1.3. PARTE EXPERIMENTAL O DE MEDICIONES
2.1.4. DEFINICIÓN DEL INTERVALO DE TRABAJO
2.1.5. MEDICIONES REPETIDAS
2.1.6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS
2.1.7. ELABORACIÓN Y PRESENTACIÓN DE DOCUMENTOS

2.1.1. DOCUMENTACIÓN

a) Definición del intervalo de aplicación del método, teniendo como criterios:

- La información de la literatura (protocolo)
- El interés específico (ambiental)
- Los ensayos preliminares en el laboratorio
- Va desde la mínima cantidad detectable hasta la concentración que se podría leer con la máxima dilución.

b) Inventario de los reactivos que se necesitan para toda la estandarización (identificación, precauciones, calidad, cantidad, grado de pureza, conservación del reactivo puro y en solución).

c) Inventario de vidriería y otros materiales necesarios, señalando las cantidades necesarias para cada día y requerimientos para su limpieza.

d) Archivo físico: para toda la documentación generada en el proceso. La carpeta debe radicarse en el archivo técnico y estar disponible para su consulta permanente.

e) Protocolo del método: tener y conocer el método estandarizado, adaptarlo (si aplica) y disponer de una copia de trabajo.

f) Conocimiento del fundamento físico y químico del método y de la técnica a la cual pertenece éste. Se debe elaborar un resumen conciso.

g) Conocimiento exacto del funcionamiento del equipo de medición. En lo posible se debe tener el diagrama de flujo para el manejo del equipo o por lo menos los pasos que se deben seguir en orden cronológico para su adecuada operación desde el encendido hasta el apagado.

h) Establecer los procedimientos para la descontaminación y limpieza del material y para la disposición de los desechos.

i) Diseño de un formato para la captura de los datos, solo si los formatos existentes no se adaptan a los requerimientos específicos de la metodología. Se puede emplear libro de laboratorio, según el sistema.

j) Diseñar el plan y un procedimiento detallado para la preparación y análisis de reactivos, estándares, muestras y muestras adicionadas de acuerdo con el tiempo de vida útil de cada uno y la estabilidad del analito.

Para cumplir a cabalidad esta primera etapa debe tenerse en cuenta lo siguiente: los métodos ya estaban implementados; se elaboró primero el respectivo Procedimiento Estándar de Operación (PSO) del método antes de validarlo; los

registros se hicieron en el cuaderno del analista responsable, el archivo físico con todos estos requisitos documentados se encuentra en el laboratorio.

2.1.2 MONTAJE DE LA METODOLOGÍA

a) Revisión del equipo.
b) Alistamiento de insumos
c) Preparación de reactivos
d) Verificación y optimización de las condiciones y de los parámetros instrumentales.
e) Elaboración de curva de calibración

Para esta segunda etapa se tiene que los equipos tienen su respectivo mantenimiento y están en perfecto estado; los insumos fueron alistados con anterioridad; la preparación de reactivos se llevo a cabo según el plan de validación discutido para cada prueba. Ninguna de las pruebas a acreditar lleva curva de calibración.

2.1.3. MEDICIONES INICIALES O PREVALIDACIÓN

Determinar:

a) Definición de objetivos analíticos
b) Límite de detección del instrumento
c) Límite de detección del método
d) Intervalo de trabajo
e) Intervalo lineal del método
f) Linealidad
g) Sensibilidad
h) Variables instrumentales o metodológicas particulares que puedan afectar proceso de medición.

i) Otras. Depende del método y/o equipo empleados en particular. Por ejemplo:

- Diferentes cepas para DBO
- Diferentes concentraciones de reactivo (dicromato de potasio y FAS en DQO)

TABLA 3 PREVALIDACIÓN

ANALITO	LIMITE DE DETECCIÓN (LDM)	INTERVALO	SENSIBILIDAD
Ph	No aplica	0 -14	Si aplica
CE	0,1	Si	Si aplica
SST	4	20000	Si aplica
DQO	Si aplica	Si aplica	Si aplica
DBO	Si aplica	Si aplica	Si aplica

De las mediciones iniciales solo se aplicó el LDM, que se encuentra incluido en los informes finales de validación, ya que el tiempo no permitió hacer pruebas de sensibilidad, ni otras. Para conductividad se asumiò el rango lineal que aparece en las instrucciones que proporciona el fabricante del equipo.

2.1.4. DEFINICIÓN DEL INTERVALO DE TRABAJO

El intervalo de trabajo está definido por el instrumento de medición o por la bibliografía además de la experiencia del laboratorio. Debido a que los métodos están implementados con anterioridad y satisfacen las necesidades, el intervalo será documentado en base a la experiencia del laboratorio.

2.1.5. ENSAYOS REPETIDOS

a) Una vez cuantificadas las anteriores variables se determina:

- Precisión
- Exactitud
- Sesgo
- Recuperación

b) Muestras a analizar

- Preparar soluciones día cero
- Leer cada solución por duplicado
- Repetir durante siete días
- Por lo menos un estándar se prepara a diario y se lee dos veces cada día

2.1.6. ANÁLISIS ESTADÍSTICOS DE LOS RESULTADOS

Se obtienen mínimo 14 datos por cada solución
Rechazo de datos (criterio T)
Cálculo de variables quimiométricas

Para la validación se siguió el protocolo de validación para el Laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder que se encuentra documentado en el Manual de Control de Calidad y que se basa en el protocolo del Laboratorio de Fisicoquímica del IDEAM.

2.1.6.1. Datos Estadísticos:

Cumpliendo con las etapas de validación expuestas anteriormente hasta el inicio de ensayos repetidos, se describe a continuación las etapas de generación de datos y análisis estadístico.

Se preparan soluciones patrón, es decir de concentración y respuesta al método conocidas, para ser analizadas a la par de un blanco y muestra real.

En la siguiente tabla se muestra el ejemplo de ensayos para realizar una validación satisfactoria.

TABLA 4 EJEMPLO DE MUESTRAS

Bk	Blanco de reactivos y procedimiento
Eb	Estándar de concentración baja (cercana al límite de detección)
Em	Estándar de concentración media (aprox el 50% del rango)
Ea	Estándar de concentración alta (aprox el 90 % del rango)
M1	Muestra natural con concentración (aprox menor que el 50% del rango
M2	Muestra natural mucho mayor a M1
M1Ab	M1 adicionada con aprox el 30 % del valor de M1
M1Aa	M1 adicionada con aprox el 50% del valor de M1
MC	Muestra o estándar certificado

Sin embargo, se pueden analizar mas intervalos en el rango para así tener mas datos y mas confiabilidad en los análisis estadísticos.

Luego de definir los ensayos a realizar y la preparación de las muestras, se prosigue a definir la cantidad de material a utilizar y los días de análisis.

Se recomienda que se analicen estas muestras mínimo por duplicado y al menos por siete días. Sin embargo, como ya se había explicado antes para algunos métodos como el de DBO, pH y DQO se hace muy dispendioso y se decidió analizar réplicas de cada una de las muestras un día y así obtener una población de datos significativa para realizar los análisis estadísticos.

Para presentar los análisis estadísticos que se tuvieron en cuenta en la validación de las pruebas, es necesario tener en cuenta las definiciones incluidas en el Anexo J.

Utilizando las fórmulas presentadas en las definiciones, se calcula:

Rechazo de datos. Calcular el estadístico t, de rechazo de datos, para los valores extremos de cada grupo (máximo y mínimo), de la siguiente manera:

Precisión. Calcular la desviación estándar (s), el coeficiente de variación (CV) y el límite de confianza del 95% (LC_{95}) para cada "muestra" tomando todos los datos de los 7 ensayos (14 datos).mínimo

Exactitud. Calcular para cada estándar y para el patrón certificado el porcentaje de error relativo en cada determinación. Determinar para cada tipo de "muestra" el valor promedio de error relativo.

Porcentaje de Recuperación. Calcular el %R para cada nivel de concentración adicionado. Reportar indicando la recuperación para estándares y la recuperación para muestras reales. Se debe reportar la recuperación media, el rango de %R y su desviación estándar.

2.1.7 ELABORACIÓN Y PRESENTACIÓN DE DOCUMENTOS

Como resultado de la estandarización se deben presentar tres documentos:

- **Protocolo de validación:** El presente documento se toma como referencia para la estandarización de los diferentes métodos haciendo los ajustes correspondientes para las características particulares de cada analito y de la técnica utilizada.

- **Carpeta de soporte técnico:** Contiene todos los documentos originales producidos durante el proceso de estandarización, las notas y observaciones del analista, hojas de captura de datos, cálculos, y demás información que permita la revisión del proceso y/o su replicación por otro analista o por otro laboratorio.
- **Parámetros de estandarización:** Son los resultados finales del proceso, expresados en forma clara y de acuerdo con las convenciones que se utilicen por la literatura especializada en el tema.

A continuación se puede observar el proceso de obtención de datos estadístico en la validación de Sólidos Suspendidos Totales donde se muestra el resultado final del proceso:

Tabla No. 5: Concentraciones experimentales de SST obtenidas durante la validación

Identificación d La muestra	Día #1 Mg/L	Día #2 mg/L	Día #3 mg/L	Día #4 mg/L	Día #5 mg/L	Día #6 Mg/L	Día #7 mg/L
Bk	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Bk’	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.1	0.0
Eb	3.9	3.9	4.0	4.1	4.1	4.1	4.1
Eb’	3.9	4.1	3.9	4.0	3.9	4.0	4.0
Emb	994	1000	1002	1006	1005	1006	1001
Emb’	995	998	1000	997	1002	1002	1000
Em	4985	4985	4985	5005	5000	4990	5005
Em’	4985	4970	4990	4990	5010	5005	5020
Ema	9944	9996	10088	9976	10024	9996	10056
Ema’	9964	9956	9976	10040	10072	9968	10008
Ea	19532	19692	20432	19960	20100	20000	20172
Ea’	19524	19588	20104	20008	20036	20164	20168
M1(1)	120	130	130	130	128	124	132
M1(2)	130	130	130	130	128	132	128
M1(3)	130	135	130	130	132	132	128
M1(4)	120	130	135	125	128	120	132
M1(5)	130						
M1(6)	130						
M1’(7)	120						
M1(8)	130						
M1(9)	120						
M1(10)	120						
M1Ab	130	130	135	136	136	132	132
M1Ab’	130	132	125	132	132	136	136
M1Aa	7500	7525	7500	7530	7530	7530	7550
M1Aa’	7210*	7565	7495	7515	7535	7510	7525

*El resultado obtenido se descarta ya que con la prueba de rechazo de datos se llega a esta conclusió
T=3.4 > t = 2.37.

RECHAZO DE DATOS DUDOSOS EN CADA NIVEL DE CONCENTRACIÓN:

De acuerdo al documento del Químico Gustavo Alfonso Coy: “Cuando se observen datos sospechosos de ser rechazados por diferir del resto de la población, se utilizará como criterio de rechazo [9] la **PRUEBA ESTADÍSTICA " T "** que se aplica de la siguiente forma:

- Calcular el estadístico T y compararlo con el T de las tablas.

a) Ordenar los datos: [$X_{bajo,}$ X_2,X_3,.....X_{alto}]
b) Calcular X_{prom} y s (desviación estándar)

[9] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 19 ed. Pp 1-2

c) Calcular T: T= ($X_{alto} – X_{prom}$)/ s Para un valor alto;
T= ($X_{prom} – X_{bajo}$)/s Para un valor bajo

Si T calculado es mayor que el T de la tabla 1010:I del Standard Methods edición 19, el dato se puede rechazar (para un nivel de confianza del 95% y para “n” mediciones). Debido a que se van a manejar poblaciones pequeñas se pueden rechazar como máximo dos datos; si la aplicación de este criterio da positiva para más de dos datos, el ensayo debería repetirse”.

Muestra de Cálculo

Para Estandar medio bajo (Emb)

Dato	T
994	1.75
1000	0.25
1001	0
1002	0.25
1005	1
1006	1.25
1006	1.25

Para un nivel de significancia del 5% de la tabla 1010:I t = 2.37 para 14 medidas por lo tanto todos los valores de T son menores a t y no se rechaza ningún dato.

4.2 Cálculo de la Precisión: La precisión generalmente se expresa en términos de la **Desviación Estándar**, una vez descartados los datos. Debido a que no se descartaron datos, la precisión estaría dada por la desviación estándar calculada con todos los datos.

$$S = (\text{sumatoria } (Xi-Xprom)^2/n-1)^{1/2}$$

Donde Xi = dato obtenido durante el ensayo
Xprom = media (se usa cuando no se tiene el dato real; en este caso se tiene el dato real para los standares XR)
N = número de datos

Muestra de Cálculo para estandar bajo Eb: XR = 4.0 mg /L

TABLA 6: DESVIACIÓN ESTANDAR

Dato	Xi-XR	(Xi-XR)²
3.9	-0.1	0.01
3.9	-0.1	0.01
3.9	-0.1	0.01
4.1	0.1	0.01
4.0	0	0
3.9	-0.1	0.01
4.1	0.1	0.01
4.0	0	0
4.1	0.1	0.01
3.9	-0.1	0.01
4.1	0.1	0.01
4.0	0	0
4.0	0.1	0.01
4.0	0	0
	Sumatoria:	0.1

S= (0.1/14-1)½ = 0.09 aprox 0.1

Cálculo del Coeficiente de Variación CV:

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} * 100$$

Donde:
S : desviación estándar
--
X : promedio de los datos o media

Muestra de cálculo para estandar bajo:

*CV = (0.1*100)/4.0 = 2.5%*

4.3 Cálculo del Porcentaje de Error y la Exactitud:

$$\text{Inexactitud= \% Error= } \frac{Xexp - Xreal}{Xreal} * 100$$

Para varios datos.

$$\frac{\text{Sum } \frac{\text{Xexp-xreal}}{\text{Xreal}} * 100}{n}$$

Exactitud = 100 – Inexactitud

Donde:
Xexp: dato experimental
Xreal: Dato real

4.4 Porcentaje de Recuperación:

4.6.1 Para Estándares:

$$\%R = \frac{\bar{C}_x - C_{Bk}}{C_A} * 100$$

Donde:
$\bar{C}_x$ = Concentración promedio de las determinaciones
C_{Bk} = Concentración del Blanco (son 14 datos)
C_A = Concentración real adicionada

Muestra de Cálculo para Estandar Bajo

$$\%R = \frac{4\text{-}0 - 0.1}{4.0} * 100 = 97.5\%$$

4.6.2 Para Muestras Reales:

$$\%R_M = \frac{\bar{C}_{MA} - C_M}{C_A} * 100$$

Donde:
$\bar{C}_M$ = Concentración promedio de la muestra no adicionada
C_{MA} = Medida de la concentración en la muestra adicionada
C_A = Concentración conocida adicionada a la muestra

Los resultados obtenidos para cada una de las variables estadísticas citadas anteriormente, se resumen en la siguiente tabla:

Tabla No. 7: Parámetros estadísticos obtenidos del proceso de validación

Muestra	Promedio mg / L	S mg / L	CV %	%Error	Exactitud	% R promedi
Bk	0.1	0.06	60	No aplica	No aplica	No aplica
Eb	4.0	0.09	2.5	0.0	100.0	99
Emb	1001	4	0.4	0.07	99.9	100.1
Em	4995	14	0.28	-0.001	100.0	99.9
Ema	10005	45	0.45	0.05	99.9	100.0
Ea	19963	278	1.4	0.2	100.0	99.8
M1	128	4.4	3.4	No aplica	No aplica	No aplica
M1Ab	132	3.2	2.4	No aplica	No aplica	200%
M1Aa	7500	27	0.36	No aplica	No aplica	99.6%

Límite de Detección del Método:

Límite Práctico de Detección:

$$LDM = \overline{CEb} + t(n-1) * s$$

Donde:

CEb = Promedio de la concentración del estándar bajo

s = desviación estándar

t (n-1) = valor crítico para 13 datos de pruebas de discordancia de 5 por 100 (Tabla 1010:I)

Entonces: *LDM = 4.0 + 2.33 * 0.09*

LDM= 4.2 mg/L Límite Práctico de Detección

Límite de Detección calculado con los blancos:

$$LDM = \overline{Bk} + t(n-1) * s$$

LDM= 0.2 mg/L Límite de Detección calculado con Blancos

Comparando los dos Límites de Detección calculados, se puede ver que el LD calculado con los Bk (0.2 mg/L) es menor que el LD calculado con los Eb (4.2 mg/L), pero analizando los valores obtenidos para el Coeficiente de Variación que fueron de 60% para los Bk y 2.5% para los Eb se concluye que el LD calculado con los Bk no es aplicable porque existe demasiada variación en los resultados de los blancos, así que para fines prácticos se debe trabajar con LD

calculado con los Eb, que además tiene un %Error del 0.0% y una exactitud igual a 99.%.

En el Anexo L se encuentra el informe de validación de sólidos suspendidos totales completo.

III. PLAN DE ACCIÓN

El plan de acción que se presenta a continuación es el producto del Diagnóstico y de la experiencia en el ajuste del manual de aseguramiento del sistema de calidad, objetivos que se desarrollaron en el transcurso de la pasantía.

Con el plan de acción se pretende brindar una guía en el camino de la implementación del Sistema, que conlleve a lograr la Acreditación.

Las principales acciones que debe realizar la Carder son, como se ha venido reiterando a lo largo de este trabajo, nombrar un jefe de laboratorio, implementar el control de calidad y conformar el comité de calidad que le de dinamismo a la Gestión de calidad

El Plan de Acción comprende:

El plan de acción encaminado a lograr la acreditación se presentas en forma de tabla y dividido en 9 categorías a saber:

Categoría 1 **Organización**
Categoría 2. **Sistema de Calidad**
Categoría 3. **Control de documentos**
Categoría 4**. Auditorías Internas**
Categoría 5. **Instalaciones y condiciones ambientales**
Categoría 6 **Seguridad e Higiene Industrial**
Categoría 7 **Métodos de ensayo y validación**
Categoría 8 **Aseguramiento de la calidad de los resultados**

Categoría 9 **Auditoría Externa**

El plan de acción se encuentra escrito en forma de tabla con tres columnas que la constituyen, meta (para dar cumplimiento a un requisito de la norma o del ente certificador), acciones (encaminadas a cumplir con la totalidad de la meta en un tiempo tangible) y responsabilidades (muestra los posibles encargados de llevar a cabo la acción, según la organización de la CARDER, esta es flexible y puede prestarse a modificaciones)

No se incluyó un cronograma dada la complejidad de la institución (Ver anexo E) y su manejo, puesto que la realización de muchas de las actividades dependen tanto de factores económicos como de disponibilidad de tiempo de la Entidad.

Es importante decir que la Acreditación es un proceso, y como todo proceso merece mucha atención, dedicación y compromiso. Como se muestra en el plan de acción el logro de ella no depende solo de las personas que laboran en el laboratorio, sino de toda la corporación y es asumiendo esta premisa como se logrará.

Categoría 1 **Organización**

METAS	ACCIONES	RESPONSABLE
Definición de responsabilidades del personal clave	Incorporación del Jefe de Laboratorio Reestructuración del Manual de funciones de las personas del laboratorio	Dirección de la Carder y Jefe de personal
Existencia de disposiciones para garantizar que el personal está libre de presiones o influencias indebidas	Crear e implementar acuerdo de confidencialidad	Jurídica y Jefe de personal
Supervisión del personal analítico	Incorporación del Jefe de Laboratorio	Dirección
Dirección técnica con responsabilidad de las operaciones, el suministro de recursos y la autoridad para delegar deberes	Incorporación del Jefe de Laboratorio	Dirección
Oficial de calidad que tenga acceso directo a la Dirección; que asegure que el sistema de calidad se aplica y sigue en todo momento.	Incorporación del Jefe de Laboratorio	Dirección
El supervisor estará familiarizado con los métodos y procedimientos de análisis, con el propósito de cada ensayo y con la evaluación de resultados	Elaborar los términos de referencia de acuerdo con el perfil necesario para cumplir con esta meta	Jefe de personal y personal de Laboratorio

Categoría 2. **Sistema de Calidad**

METAS	ACCIONES	RESPONSABLE
Existencia, aplicación y mantenimiento de un sistema de calidad adecuado al alcance de las actividades	Creación del Comité de Calidad Aprobación de los Manuales y Formatos Presentación del Manual de Calidad y Manuales de Procedimientos Sensibilización y Socialización del Sistema de calidad por medio de conferencias Implementar el sistema poniendo en práctica los manuales	Dirección General Subdirección de Calidad Ambiental Jurídica Comité de Calidad
Gestión de calidad	Creación del Comité de Calidad	Dirección General Subdirección de Calidad Ambiental Jurídica

Categoría 3. **Control de documentos**

METAS	ACCIONES	RESPONSABLE
Existencia e implementación de un sistema que garantiza que los documentos distribuidos como parte del sistema de calidad son revisados y aprobados por el personal autorizado	Implementar el sistema que se encuentra en el manual de procedimientos generales	Comité de Calidad Laboratorio
Existencia e implementación de un procedimiento de control de circulación de los documentos de calidad que asegura que estén disponibles cuando se necesiten y se desechen cuando sean obsoletos	Implementar el sistema que se encuentra en el manual de procedimientos generales	Comité de Calidad Laboratorio
Las ediciones autorizadas de los documentos estén disponibles en todos los sitios de trabajo	Implementar el sistema que se encuentra en el manual de procedimientos generales	Comité de Calidad Laboratorio
Los documentos se revisen periódicamente y se modifiquen cuando sea necesario	Implementar el sistema que se encuentra en el manual de procedimientos generales	Comité de calidad Laboratorio
Los documentos obsoletos se descarten oportunamente	Implementar el sistema que se encuentra en el manual de procedimientos generales	Comité de calidad Laboratorio

Categoría 4**. Auditorías Internas**

METAS	ACCIONES	RESPONSABLE
Existencia de una programación de auditorías internas que aborde todos los elementos del sistema de calidad	Creación del Comité de Calidad Nombramiento de al menos un Auditor Interno	Jurídica Dirección de la entidad
Existencia de responsables de planear y organizar auditorías según los requerimientos del programa y de la dirección del laboratorio	Creación del Comité de Calidad Nombramiento de al menos un Auditor Interno	Jurídica Dirección de la entidad
Efectuar auditorías internas de las actividades para verificar que cumplan los requisitos del sistema de calidad	Haber realizado una auditoría interna del sistema de calidad antes de pedir la Auditoría Externa	Auditor Interno

Categoría 5. **Instalaciones y condiciones ambientales**

METAS	ACCIONES	RESPONSABLE
Poseer un cuarto de balanzas adecuado para asegurar la calidad de los datos.	Construcción de un aislamiento de la balanza analítica para protegerla de corrientes de aire, condiciones extremas de calor o frío e interferencias ondulatorias	Laboratorio Coordinación Administrativa
Implementación del seguimiento de las condiciones ambientales del laboratorio	Instalar medidores de temperatura, humedad y presión dentro del laboratorio y llevar registro	Laboratorio Jefatura de Compras
Control de los efluentes industriales de laboratorio	Implementar los procedimientos que se encuentran en el manual de control de calidad para este fin	Laboratorio Jefatura de Compras GESCA
Existencia de una fuente de poder de emergencia o de apoyo disponible, si es necesaria	Comprar una planta eléctrica	Jefatura de Compras Laboratorio

Categoría 6 **Seguridad e Higiene Industrial**

METAS	ACCIONES	RESPONSABLE
Existen planes de contingencia para accidentes en el laboratorio y se aplican los primeros auxilios	Elaborar y aplicar un plan de contingencia	Jefe de Personal COPASO-ARP
Se aplican simulacros con la debida frecuencia	Hacer simulacros	Jefe de Personal COPASO-ARP
Existen sensores para vapores y fuego y un sistema de alarma	Comprar e instalar sensores	Jefatura de Compras Laboratorio
Mantener el botiquín con todo lo necesario en caso de un accidente	Comprar los materiales del botiquín	Jefatura de compras Laboratorio COPASO-ARP

Categoría 7 **Métodos de ensayo y validación**

METAS	ACCIONES	RESPONSABLE
Realizar pruebas de desempeño al menos dos veces al año	Pertenecer a una red de intercalibración	Laboratorio Coordinación Administrativa Dirección de la Entidad
Evaluación de la incertidumbre de los resultados con la identificación de todos los componentes y una estimación razonable de esta	Efectuar la evaluación de la incertidumbre de las pruebas de DBO, DQO, Conductividad, SST y pH	Laboratorio

Categoría 8 **Aseguramiento de la calidad de los resultados**

METAS	ACCIONES	RESPONSABLE
Los resultados de control de calidad se registran de tal manera que se detectan las tendencias	Elaborar cartas de control o su equivalente	Laboratorio
Aplicación de técnicas estadísticas para revisar los resultados de control de calidad	Implementación del manual de control de calidad Capacitación del personal en estadística Adquisición de software estadístico	Laboratorio Jefatura de Compras Coordinación Administrativa
Aseguramiento de la calidad del agua destilada	Verificar que el agua para reactivos y diluciones esté exenta de sustancias que interfieran con los métodos analíticos	Laboratorio

Categoría 9 **Auditoría Externa**

METAS	ACCIONES	RESPONSABLE
Obtener la Acreditación de los parámetros DBO, DQO, pH, Conductividad y SST	Pedir Auditoría Externa al Ideam	Comité de Calidad

2. Plan de ingreso a una red de intercalibración

Objetivos

Demostrar que las desviaciones estadísticamente aceptables que se presentan en un mismo análisis efectuado por diferentes laboratorios tienen su origen en causas no identificadas previamente, o imputables a la secuencia de la prueba.

Establecer un programa de seguimiento para mantener en el tiempo los estándares de calidad.

Cumplir con la normatividad (Decreto 1600 y 901).

Procedimiento

La base de la intercalibración está en que cada laboratorio inscrito a la red recibe partes identicas de la misma muestra y que ellas sean analizadas siguiendo métodos acordados previamente.

Para garantizar la representatividad de los resultados:

a) La coordinación del programa prepara las muestras y las distribuye a cada laboratorio.
b) El laboratorio practica los análisis consigna los resultados en un formato que remite a la coordinación.
c) La coordinación evalúa los resultados y concluye sobre su representatividad y confiabilidad.

En el país existe solamente una red de intercalibración a saber: RED AGUAS de Medellín.

Sin embargo, en el año 2002 se hizo una intercalibración con el IDEAM, en acuerdo con el Ministerio de Medio Ambiente, dicho acuerdo finalizó y el IDEAM se encuentra en la tarea de reglamentar una red, los requisitos estarán disponibles en la web del IDEAM.

Por ser el IDEAM el ente certificador, La Corporación está interesada a pertenecer a dicha red, y se encuentra en espera de la correspondencia con los requisitos que el IDEAM enviaría.

A continuación se muestra una comparación en ventajas y desventajas de la RED Aguas y la Red del IDEAM

Red de Ínter calibración	Ventajas	Desventajas
AGUAS (Medellín)	• Mayor Experiencia • Trayectoria • Organización • Poseen procedimientos y reglas clara para el ingreso	• Demanda mucho tiempo en Asistencia a Reuniones sucesivas. • Se debe hacer visita de representante de red aguas • Puede llegar a ser más costoso
IDEAM	• Ser el ente certificador • Haber realizado visitas al laboratorio • Pertenecer al Ministerio del Medio Ambiente • Ya se han realizado pruebas de intercalibración	• Poca experiencia • Poca trayectoria • No han enviado los requisitos para ingreso

CONCLUSIONES

- La Acreditación es un proceso dinámico y cíclico por ende costoso; es responsabilidad y compromiso de toda la entidad para que el Laboratorio de Análisis de Aguas cumpla con las Norma ISO 17025

- En el diagnóstico se puede observar que el sistema se encuentra documentado, más poco implementado, lo que hace concluir que la próxima etapa en el camino de la acreditación es la Gestión de la calidad; por eso es indispensable que se conforme un comité encargado de implementar el sistema de calidad

- Las validaciones son requisitos indispensables en los montajes de las técnicas, ellas son una ficha clave en el aseguramiento y control de la calidad de los análisis. Deben hacerse para todos los métodos que se realicen en el laboratorio.

- Las validaciones que se realizaron para los parámetros a acreditar, fueron realizadas con los requisitos que exige el Standard Methods; sin embargo, ésta puede hacerse más rigurosa, incluyendo robustez y calculo de la incertidumbre.

- De las principales dificultades que se encuentran para implementar un sistema de calidad está la de sensibilizar, concientizar y comprometer a las personas que hacen parte de la corporación con respecto a su responsabilidad en el sistema y la calidad, pues esto requiere cambios en su rutina y en sus responsabilidades.

- Las principales no conformidades del laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder son: no contar con un coordinador de laboratorio, no tener implementadas las auditorías, y no tener un comité de calidad que se encargue de la gestión de calidad.

- En un mundo competitivo como en el que vivimos, donde la calidad, la oferta y la demanda dirigen el mercado, es necesario incluir políticas de calidad en los procesos y más aun si de ellos dependen decisiones de tipo legales. La legislación acompaña el proceso de acreditación y lo sustenta, solo falta una determinación de las directivas de la CARDER en unir esfuerzos y acreditar el laboratorio.

- Conocer el funcionamiento de un laboratorio que emite resultados ambientales e insistir en la calidad analítica como garantía de datos confiables, con los que se puedan realizar las labores de diseño de equipos, toma de decisiones con respecto a los procesos, el control automático de una planta, y la investigación científica, es una herramienta de gran ayuda para un ingeniero (a) químico (a), ya que le permitirá tener un mayor dominio acerca de los análisis que en determinado momento solicite a un laboratorio y exigir calidad en el servicio, con conocimiento de causa.

- La Ingeniería Química permite participar en proyectos como el de la Acreditación del laboratorio dado que su formación posee los instrumentos científicos (Química, L.P. ambiental, Estadística) y Administrativos, que permiten tener una visión global del proceso y luego dirigir los procesos que conlleven a lograr el objetivo.

RECOMENDACIONES

Las siguientes son recomendaciones adicionales que nacen con la experiencia de este trabajo y teniendo en cuenta la literatura existente.

Se recomienda que los parámetros sean validados por las dos personas que trabajan en el laboratorio, ya que las analistas son reemplazo mutuo con el fin de evaluar la robustez y reproducibilidad del método.

Se recomienda implementar los sellos para los recipientes donde se hacen el muestreo, aunque aumentaría los costos aumentaría la confiabilidad en el muestreo.

Se recomienda que la etiqueta para el frasco de muestra sea prediseñada en papel autoadhesivo, que contenga: nombre del recolector, fecha, hora, lugar de recolección, tipo de prueba (si es para fisicoquímica, grasa o bacteriológica, etc)

Incluir en la pagina web de la Corporación el Laboratorio, donde se dé información acerca del sistema de calidad y del portafolio de servicios que posee el laboratorio.

Fomentar capacitaciones para auditores internos y de Calidad con el objetivo de fortalecer el sistema y cumplir con los requisitos de la ISO.

Elaborar un portafolio de servicios de Laboratorio, ya que el fin mas trascendental de la Implementación de la Iso es el servicio al cliente.

Siendo conscientes de que la política de la ISO es el mejoramiento continuo, tener en cuenta las no conformidades y las opciones de mejora para cumplir a cabalidad la política de calidad. Es asi como se recomienda elaborar una cartelera del tipo de material y preservación de la muestra en el sitio donde se guardan los materiales para muestreo.

Elaborar un afiche con indicaciones de lavado de material.

Elaborar los avisos de Fuera de servicio, Archivo ISO, Gases explosivos fluorescente y terminar de señalizar lo que falta de la electricidad.

Elaborar un cronograma que permita el alcance de la acreditación en un tiempo tangible. Para elaborar dicho cronograma se puede utilizar el plan de acción.

En la recepción de las muestras asegurar la confidencialidad de las muestras, es decir elaborar el acuerdo de confidencialidad y reglamentarlo, o contratar una secretaria para el laboratorio que reciba las muestras y expida los resultados.

BIBLIOGRAFÍA

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION, WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 19 ed., New York, 1995

ASOCIACIÓN QUÍMICA COLOMBIANA, T.Q.C. Consultores. Programa de formación en Aseguramiento de la calidad de Laboratorios. Santa Fé de Bogotá Módulos 1,2,5,6,8. 1995.

AYRES H. Gilbert. Análisis Químico Cuantitativo. Editorial Harla, Madrid, 1978

COLOMBIA. INSTITUTO NACIONAL DE RECURSOS NATURALES RENOVABLES Y DEL MEDIO AMBIENTE . Programa Nacional de Control de Calidad Analítica de Laboratorios Ambientales. Bogotá. INDERENA. 1990

CORPORACIÓN AUTÓNOMA REGIONAL DE RISARALDA. Plan de Acción 2000-2003.Pereira. CARDER.2000.

CORPORACIÓN AUTÓNOMA REGIONAL DE RISARALDA-UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA. Sociedad y Medio Ambiente. La subregión 1 en Risaralda. Pereira. 1998

CORPORACIÓN AUTÓNOMA REGIONAL DE RISARALDA. [en linea]: http://www.carder.gov.co/

CORPORACIÓN AUTÓNOMA REGIONAL RIONEGRO NARE [en linea]: http://www.cornare.gov.co/

CORTES S. Guillermo. Validación de metodologías analíticas Conductividad. Bogotà. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. 1998.

COY Gustavo Alfonso. Protocolo de estandarización de métodos analíticos.Bogotá. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. 1999

COY Gustavo Alfonso, et al. Instructivo para la toma de muestras para el análisis fisicoquímico de calidad de Aguas Naturales. Bogotá. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. 1999

ENVIROMENTAL PROTECT AGENCY. [en linea]. Manual de campo interinstitucional para la recolección de datos sobre la calidad del agua: EPA. Disponible en:
<http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/prepare.html#fig3---(muestreo) >

ESPARZA Maria Luisa de. Manual de Control de Calidad Analítica del Laboratorio del Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente. CEPIS. Lima. 1995

ESPARZA Maria Luisa Castro de, et al. Programa de Mejoramiento de la Calidad Analítica de los Laboratorios de la Región. Centro Panamericano de Ingeniería sanitaria y Ciencias del Ambiente.CEPIS. Lima 1993

HERNÁNDEZ Ana Marìa. Informe final de validación método gravimétrico sólidos suspendidos. Bogotá. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. 1999.

INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES. [en linea]: Acreditación. en <http://www.ideam.gov.co/index4.asp >

MARÍN C. Diana Constanza .Evaluación técnica del Laboratorio de Análisis de Agua . Informe. Pereira. Corporación Autónoma Regional de Risaralda.1996

MILLER J.C; MILLER J.N. Estadística para Química Analítica. Segunda edición. Addison-Wasley Iberoamerican. S.A. 1993

MORENO S. Blanca R. Validación de pH.Bogotá. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. 2000.

NORMA ISO/IEC/NTC 17025, expedida el 18 de Abril de 2001

ORJUELA Luz Consuelo. Guía para la elaboración de los procedimientos estándar de operación (pso) y de los procedimientos relacionados. Bogotá. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. 2002

RIVERA Néstor. Manual de Aseguramiento de Calidad para el laboratorio de Análisis de Aguas de la Corporación Autónoma de Risaralda. CARDER. Pereira. 1999

RIVERA G. Néstor. Avance Manual de Aseguramiento de Calidad según lineamientos expuestos por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios

Ambientales. Contrato de Consultoría No 0016. Pereira. Corporación Autónoma de Risaralda.1999.

SABINO Carlos A. El proceso de la Investigación. El Cid Editor. Venezuela. 1978.

SEMINARIO TALLER LABORATORIOS AMBIENTALES. (3° : 2000: Santa Fe de Bogotá). Adaptación de la guía ISO 25 para el proceso de acreditación de laboratorios ambientales. Santa Fé de Bogotá. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. 2000.

SEMINARIO TALLER LABORATORIOS AMBIENTALES. (3° : 2000: Santa Fe de Bogotá).Guía para el aseguramiento de la calidad analítica en laboratorios de Química Ambiental. . Proceso de Acreditación para laboratorios ambientales. Sfe. De Bogotá. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. 2000.

SEMINARIO. Ajustes al proceso de Acreditación y Estrategias para la Acreditación de los Laboratorios Ambientales de las Corporaciones Autónomas Regionales, y de los Institutos de Investigación inscritos. Bogotá. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. 2002

THOMAN Robert. Centro Panamericano de Ingeniería sanitaria y Ciencias del Ambiente. [en linea]: Manual de Evaluación y manejo de sustancias Toxicas en Aguas superficiales sección 5. CEPIS. Lima. 1994. en <http://www.cepis.ops-oms.org/eswww/fulltext/publica/orimuest/ommad.html#omncap51 >

ANEXO A

ANEXO A

ISO: PASADO PRESENTE Y FUTURO

Después de definir el término ISO como nombre de la organización Internacional de Normalización, debido a que la sigla de la entidad sería diferente según el idioma y surge del vocablo griego ISOS que significa igual, empiezan en 1979 a construir las normas técnicas para asegurar la calidad de los productos.

Ocho años después, en 1987 cuando las certificaciones otorgadas ascendían a las ocho mil 700, las instituciones integradas a la ISO, entre las que están el ICONTEC, llegaron a un acuerdo sobre esas reglas. De esta manera nacieron las normas técnicas ISO 9000.

Esta cifra fue adoptada ante los pocos años que distanciaban la presentación oficial de las normas con la década del 90. La norma diferenciaba los estándares de calidad según la función de las empresas. Para ello fueron creadas diferentes series de la ISO 9000.

- ISO 9001. Para las empresas que diseñaran, fabricaran y pusieran en servicio un producto.
- ISO 9000. Dirigida a las entidades prestadoras de servicios o manufactureras, que no incluyen diseño de producto.
- ISO 9003. Se aplicaba para las empresas que deben garantizar la inspección y ensayo final del producto mas no lo diseñan ni fabrican.

Sin embargo, como producto de una revisión y actualización de la norma, el 15 de diciembre del año 2000 en Ginebra (Suiza), donde está la sede de la ISO, se aprobaron nuevas medidas en materia de estándares de calidad, de donde surgieron las normas ISO 9000 versión 2000

Las series de la norma quedaron agrupadas en la ISO 9001. En adelante ésta será la certificación que se otorgará a cualquier empresa que implemente con éxito los sistemas de gestión de calidad (Tomado del periodico La Patria 2001).

Para los laboratorios de Ensayo y calibración existe la norma NTC ISO 17025 (18 de Abril de 2001) que opera en concordancia con NTC-ISO 9001 y NTC ISO 9002.

La nueva norma ISO 17025 sustituye a la Guía ISO/IEC 25 y a la norma europea EN45000. Contiene todos los requisitos que los laboratorios de ensayo y calibración tienen que cumplir si desean demostrar que disponen de un sistema de gestión de la calidad, que son técnicamente competentes y que son capaces de producir resultados técnicamente válidos.

La utilización de la norma ISO 17025 facilitará la cooperación entre los laboratorios y otros organismos y servirá de ayuda en la armonización de normas y procedimientos.

ANEXO B

Procedimiento de acreditacion de los laboratorios del SINA

El Programa de Fisicoquímica Ambiental del Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales, IDEAM, ha desarrollado en forma conveniente el marco conceptual del acto de acreditación y certificación de los laboratorios ambientales de acuerdo con el decreto 1600 de 1994; además ha elaborado los formatos y formularios necesarios para iniciar el proceso de acreditación de los laboratorios ambientales de Colombia.

El programa de acreditación está actualmente limitado a laboratorios del SINA que desarrollen análisis y determinaciones (incluidos sedimentos y lodos) de la calidad del agua. El programa puede ser extendido a otros análisis diferentes a la calidad del agua (por ejemplo, caracterización de desechos tóxicos, parámetros de calidad del aire, suelo y biota).

El programa de acreditación de laboratorios del SINA ambientales es un importante componente en el esfuerzo para asegurar la precisión de los datos analíticos usados por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales, IDEAM. Este proceso asegura que los laboratorios del SINA acreditados cumplen los requisitos y demuestran capacidad para producir los datos más exactos y precisos al SINA para los parámetros especificados en el alcance de acreditación que acompaña al certificado de acreditación. La acreditación significa que el sistema de calidad del laboratorio del SINA, su personal, sus instalaciones y equipos, sus métodos de prueba, sus archivos y reportes han sido evaluados, y la evaluación indica que el laboratorio tiene la capacidad de proveer datos exactos. El registro por otro lado, sólo muestra el hecho que el laboratorio del SINA ha obtenido el estado de acreditado.

Como una alternativa a la acreditación los pequeños laboratorios del SINA pueden ser registrados mientras se preparan para una eventual acreditación. Tales laboratorios del SINA que pueden eventualmente alcanzar el mismo nivel de adelanto de un laboratorio del SINA acreditado y llegar a ser acreditado, pero les es dado más tiempo y más asistencia durante el proceso.

Requerimientos para participar en el programa de acreditación

Para llegar a ser registrado, un laboratorio ambiental del SINA debe:

1. Diligenciar y remitir el Formulario de Acreditación
2. Remitir un manual de aseguramiento de la calidad.

Para ser acreditado, el laboratorio del SINA debe:

1. Estar registrado en el proceso de acreditación
2. Participar en los Seminarios de Acreditación organizados por el IDEAM
3. Remitir las auditorías in-situ requeridas
4. Hacer los mejoramientos requeridos en sus programas de aseguramiento de la calidad, reportar los cambios significativos en sus equipos, personal o en su programa de aseguramiento de la calidad

5. Aprobar la auditoría al sistema
6. Remitir los resultados del análisis de las muestras de la evaluación del desempeño (analizar exitosamente las muestras de control requeridas)

El IDEAM iniciará la acreditación y certificación de los laboratorios ambientales, en un proceso gradual. Se evaluarán los siguientes aspectos:

- Identificación
- Recursos humanos
- Infraestructura física del laboratorio
- Control ambiental del laboratorio
- Infraestructura instrumental
- Parámetros ambientales analizados
- Métodos y controles: Agua, Aire, Agua lluvia, Suelos, Sedimentos, Biota
- Funcionamiento del laboratorio
- Capacidad operativa anual
- Antecedentes

Los recursos económicos requeridos para esta función los pagará la entidad solicitante, previo aviso. El valor de la certificación y acreditación lo realizará el IDEAM al costo, e incluirá: pasajes, viáticos y horas/hombre de trabajo, de acuerdo con las asignaciones de los profesionales especializados adscritos al Programa de Fisicoquímica Ambiental del IDEAM.

Reglamentacion del sistema de acreditación

Para estar acreditados, los laboratorios cuya actividad está relacionada con la producción de datos fisicoquímicos y bióticos de la calidad del ambiente en Colombia, deben cumplir con el proceso de acreditación precisado por el IDEAM, conforme al Decreto 1600 de 1994, Artículo 5° y parágrafos.

Se entiende por acreditación de laboratorios ambientales, las etapas sistemáticas y sucesivas que deben cumplir los laboratorios con el objeto de confirmar su sistema de calidad, que incluye entre otros aspectos la idoneidad del personal, la adecuación de instalaciones e instrumental analítico, los métodos estandarizados, los manuales de gestión e información de calidad ambiental, los reportes y demás componentes que deben estar a disposición del sistema de evaluación o auditoría.

El IDEAM podrá designar laboratorios regionales previamente certificados para ejercer el proceso de acreditación dentro de su respectiva jurisdicción y bajo supervisión del IDEAM, en concordancia con el procedimiento reglamentario.

Los laboratorios deben participar en forma cooperativa en los ejercicios de intercalibración programados por el IDEAM, cuyo objeto es hacer el seguimiento de la calidad analítica de la información ambiental obtenida por ellos. Los ejercicios de intercalibración hacen parte de la tenencia de la acreditación.

Sobre el procedimiento de acreditación

En el marco del decreto 1600 de 1994, Artículo 5°, el IDEAM es la Institución que posee la competencia para promover, definir y concretar el acto de acreditación y certificación de los laboratorios ambientales, por lo cual y en concordancia con el citado decreto se establecen las etapas para el proceso de acreditación de los laboratorios ambientales de Colombia:

1. Diligenciar el formulario de acreditación para laboratorios ambientales, que se puede obtener a través de la página Web del IDEAM (www.ideam.gov.co). El formulario debe ser diligenciado por el Jefe de Laboratorio, quien debe acreditar el título de Químico, Ingeniero Químico o Químico Farmacéutico, titulado en una Universidad reconocida, además debe certificar que pertenece al personal de planta del laboratorio o la empresa a ser acreditada.
2. Una vez diligenciado, remitir al IDEAM el formulario de acreditación a través de los diferentes medios de comunicación (correo certificado, correo electrónico ó fax).
3. Participar en el seminario de acreditación dictado por el IDEAM en asocio con la academia.
4. Remitir al IDEAM el manual de aseguramiento de la calidad analítica del laboratorio, siguiendo los lineamientos precisados en la Guía para el Aseguramiento de la Calidad Analítica, suministrada por el IDEAM.
5. Solicitar la auditoría in situ requerida para acreditar el laboratorio y los parámetros especificados. La primera visita solicitada será para acreditación de parámetros básicos, con un máximo de 10 por visita. En caso de requerir la acreditación de parámetros especiales como metales pesados, plaguicidas, sustancias tóxicas de interés ambiental, en las cuales se involucran metodologías especializadas con instrumental químico más complejo (cromatografía líquida de alta presión, espectroscopia plasma, resonancia nuclear magnética, espectros de masas, entre otras), se debe concertar con el auditor una nueva visita.
6. El auditor autorizado y de idoneidad certificada por el IDEAM remitirá el resultado de la auditoría in situ.
7. De acuerdo con los resultados de la auditoría y a petición del IDEAM, el laboratorio realizará los mejoramientos necesarios y el establecimiento de la adecuación de las no conformidades.
8. Aprobación de la auditoría por parte del IDEAM.}
9. Obtención de la acreditación para los parámetros solicitados.
10. Para conservar la acreditación, los laboratorios deberán solicitar periódicamente, una vez al año, una visita de auditoría para confirmar la calidad del sistema analítico y debe tener actualizada la información en el software suministrado por el IDEAM.
11. Al acreditarse, el laboratorio ingresa a la Red de Laboratorios Ambientales, REDLAM, y enviará la información al IDEAM mediante el uso del software y los instructivos que lo acompañan (suministrados por el IDEAM),para posibilitar la transferencia de datos

en plataformas informáticas homogéneas. Esto constituirá uno de los criterios para evaluar la calidad analítica de la información y confrontarla con la información de la red de calidad ambiental del país que maneja el IDEAM.

12. La información básica se compartirá con los laboratorios pertenecientes a REDLAM a través de Internet, para lo cual se establecerán las claves de acceso por parte del IDEAM.

Sobre los costos de la auditoría:

Los costos de la auditoría están representados por los siguientes componentes según las categorías A y B:

Categoría A: parámetros básicos de calidad de agua, aire y suelo

Categoría B: parámetros especiales: metales pesados, plaguicidas, sustancias tóxicas de interés ambiental.

1. De los costos administrativos y técnicos de acreditación ante el IDEAM :

Categoría A: 20 salarios mínimos diarios X No. de parámetros

Categoría B: 40 salarios mínimos diarios X No. de parámetros

2. De los honorarios del auditor:

Se estipula en 50 salarios mínimos diarios

3. Viáticos y otros gastos

Los viáticos se estipulan en 25 salarios mínimos diarios. Los gastos de pasajes aéreos serán suministrados por la entidad a ser auditada.

A partir de estas consideraciones, el costo de la auditoría se puede resumir en la siguiente ecuación:

1 S.M.D. (20 NPB + 40 NPE + 50 ND + 25 ND) + T (1)

Donde,

S.M.D, es el valor de un salario mínimo diario, es decir, el valor del salario mínimo mensual dividido en 30 días.

NPB, es el número de parámetros básicos a acreditar

NPE, es el número de parámetros especiales a acreditar

ND, es el número de días de permanencia del auditor

T, es el valor de los gastos de transporte para el auditor

Esta ecuación se puede descomponer en tres partes que son:

Costo administrativo y técnico ante el IDEAM: 1 S.M.D. (20 NPB +40 NPE) (2)

Costo del auditor: 1 S.M.D. (50 ND)(3)

Viáticos: 1 S.M.D. (25 ND) (4)

Sobre los requisitos para la inscripción ante el IDEAM como auditor del aseguramiento de la calidad analítica para laboratorios ambientales.

1. Acreditar título universitario en las disciplinas de la Química, Ingeniería Química o Química Farmacéutica.
2. Acreditar experiencia mínima de cinco (5) años en cualquiera de las áreas de aseguramiento de la calidad analítica incluyendo instrumentación químico analítica.
3. Haber cursado 40 horas de preparación académica en el tema del aseguramiento de la calidad analítica de laboratorios ambientales.
4. Haber aprobado los exámenes de proficiencia realizados al culminar la preparación académica en el tema del aseguramiento de la calidad analítica de laboratorios ambientales.
5. Diligenciar ante el IDEAM el formulario correspondiente para obtener la certificación como auditor por parte del Instituto.
6. Participar periódicamente en los seminarios de actualización que realice el IDEAM.

Ejemplo de calculo de los costos de auditoría

Un laboratorio situado en la ciudad de Medellín, solicita una visita de auditoría cuya duración estimada es de dos días hábiles, con el fin de acreditar 6 parámetros básicos y 4 parámetros especiales. Determinar el costo de la auditoría.

Las variables de la ecuación (1) toman los siguientes valores:

1 S.M.D.: $260.106/30 = $8.670

T = $350.000 (Pasaje Bogotá - Medellín - Bogotá)

NPB = 6

NPE = 4

ND = 2

Reemplazando estos valores en la ecuación (1) se tiene:

8.670 {20(6) + 40(4) + 50(2) + 25(2)} + 350.000 = $4.078.100

discriminados según las ecuaciones (2), (3) y (4)

Costo del IDEAM: 8670 x {(20x6) + (40x4)} =	$2.427.600
Costo del auditor: 8670 x (50 x 2) =	$ 867.000
Viáticos: 8670 x (25 x 2) =	$ 433.500
Pasajes aéreos:	$ 350.000
Total:	$4.078.100

Parámetros básicos y de interés ambiental

A continuación se presenta una lista de los parámetros básicos (Categoría A) y los de interés ambiental (Categoría B), susceptibles de ser acreditados.

Los parámetros que no están señalados con asterisco (*) pertenecen a la Categoría A y los que están señalados con asterisco (*) pertenecen a la Categoría B.

1) Color

Sólidos sedimentables	Salinidad
Turbiedad	Sólidos en suspensión

2) Constituyentes inorgánicos no metálicos

Boro	Amoniaco	pH	Cloro residual total
Cloruro	Nitrato	Fósforo	Sulfato
Cianuro*	Oxígeno	Flúor	Sulfuro

3) Constituyentes orgánicos

Grasas y aceites	Tensoactivos
Fenoles*	Demanda Química de Oxígeno
Carbono orgánico total	Demanda Bioquímica de Oxígeno

4) Metales

Aluminio	Cadmio*	Litio	Plata*	Molibdeno
Arsénico*	Cromo*	Mercurio*	Vanadio	Cobalto
Bario*	Hierro	Níquel*	Zinc	
Berilio	Plomo*	Selenio*	Manganeso	

5) Constituyentes biológicos:

Grupos coliformes totales y fecales

*Sustancias de interés ambiental

Otras sustancias de interés ambiental:

Cobre	Tetracloruro de carbono
Bifenilos policlorados	Sulfuro de carbono
Mercurio orgánico	Otros compuestos organoclorados
Tricloroetileno	Compuestos organofosforados
Cloroformo	Carbamatos

Acciones a emprender

Los productos de las diferentes actividades relacionadas con la acreditación de los laboratorios ambientales, de las Corporaciones Autónomas Regionales (CARs), Departamentos Administrativos del Medio Ambiente (DAMAs), Institutos de Investigación Y Laboratorios Particulares, y que se enumeran a continuación serán evaluados por el IDEAM con fines de homologación y acreditación, de acuerdo con el decreto 1600.

1. Elaborar el Manual de Aseguramiento de la Calidad Analítica de las técnicas y procesos seguidos por el laboratorio, de acuerdo con la capacidad operativa actual de las respectivas entidades ambientales.
2. Establecer las características quimiométricas o indicadores de calidad analítica de acuerdo con la capacidad operativa en términos de los parámetros reportados por las entidades al IDEAM en el formulario de Acreditación, siguiendo los elementos precisados a través de las exposiciones, memorias y documentos facilitados por los conferencistas del Seminario-Taller "Procesos de Aseguramiento de la Calidad Analítica de los Laboratorios Ambientales del SINA".
3. Elaborar un plan sistemático de capacitación en fisicoquímica ambiental de acuerdo con los diferentes niveles profesionales, técnicos y de asistencia de su respectivo Programa Regional de Fisicoquímica Ambiental y su correspondiente Laboratorio.
4. Proponer un plan de articulación, en relación con el Programa Nacional de Fisicoquímica Ambiental, con las CARs, DAMAs e Institutos de Investigación cuya jurisdicción regional sea adyacente, para la concertación de las mediciones de parámetros de calidad ambiental de interés común para las respectivas regiones o localidades.

NOTA: El IDEAM, a través de su Programa Nacional de Fisicoquímica Ambiental y su Laboratorio, preparará un documento en donde se consideran los mismos puntos de carácter nacional y que articulará con los Programas Regionales de Fisicoquímica Ambiental y sus correspondientes Laboratorios.

Seminario Taller Laboratorio Procesos de Acreditación para Laboratorios Ambientales

Adaptación Guía ISO 25, Una ayuda para la acreditación de laboratorios ambientales

Guía para el Aseguramiento de la Calidad Analítica en Laboratorios de Quimica Ambiental

Información sobre Laboratorios inscritos y en proceso de acreditación

Bajar Formulario de Acreditación de Laboratorios Ambientales (17 Kb, Formato ZIP. Una vez diligenciado, enviarlo al Programa de Fisicoquímica Ambiental, Cra 129 N° 29 - 57 Int 17, Santafé de Bogotá, Tel. 4181137, o al Fax 4181159, o al correo electrónico fisicoqui@ideam.gov.co).

ANEXO C

ANEXO C

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
4.VERIFICACION DE LA IMPLEMENTACION DE LOS REQUISITOS DE GESTIÓN SEGUN LA NORMA ISO 17025							
4.1.Organización							
La entidad puede asumir responsabilidad legal			**x**				
Hay definición de responsabilidades del personal clave					**x**		Falta
Se dispone de personal administrativo y técnico con autoridad y recursos necesarios			**x**				
Existen disposiciones para garantizar que el personal está libre de presiones o influencias indebidas					**x**		Escribirlo a mediano plazo
Existen políticas y procedimientos para asegurar la confidencialidad					x		
Existen políticas y procedimientos para mantener la confianza en su competencia, imparcialidad, juicio e integridad				x			
Esta definida y documentada la organización y estructura administrativa del laboratorio dentro de la organización principal		x	x				
Documenta los deberes, la responsabilidad y la autoridad del personal clave				x			
Está identificado el responsable de los aspectos técnicos en general del sistema de calidad					x		
Está documentada la relación organizacional de todo el personal, incluyendo la relación entre la dirección , las operaciones técnicas, los servicios de soporte y el sistema de calidad							
Existe supervisión del personal analítico				x			
El supervisor está familiarizado con los métodos y procedimientos de análisis, con el propósito de cada ensayo y con la evaluación de resultados						x	
Existe una dirección técnica con responsabilidad de las operaciones, el suministro de recursos y la autoridad para delegar deberes				x			
Existe un oficial de calidad que asegure que el sistema de calidad se aplica y sigue en todo momento				x			
El oficial de calidad tiene acceso directo a la dirección						x	
Se designan los reemplazos del personal directivo clave				x	x		Escribir
4.2.Sistema de calidad							
Existe, se aplica y se mantiene un sistema de calidad adecuando al alcance de las actividades			x		x		
Existe un manual de calidad, aprobado por la dirección, en que se documentan las política y los objetivos de calidad	LAM		x				
El manual de calidad incluye o hace referencia a los procedimientos de apoyo			x				
El manual de calidad describe la estructura de la documentación del sistema de calidad				x			Incluirla
El manual documenta las políticas y procedimientos relacionados con la documentación de calidad, como preparación, control y cambios de documentos			x				
Se definen en el manual de calidad las funciones y responsabilidades de la dirección técnica y del oficial de calidad				x			Está escrito pero no en el manual

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
4.3. Control de Documentos							
Existen y se mantienen procedimientos para controlar toda la documentación del sistema de calidad			x				
Existe un sistema que garantiza que los documentos distribuidos como parte del sistema de calidad son revisados y aprobados por el personal autorizado					x		
Existe una lista maestra de documentos	**GCP002F2**	x	x				
Existe un procedimiento de control de circulación de los documentos de calidad que asegura que estén disponibles cuando se necesiten y se desechen cuando sean obsoletos	**GCP002**				x		**Ubicar PSO[1] en sitios de trabajo**
Las ediciones autorizadas de los documentos estan disponibles en todos los sitios de trabajo					x		
Los documentos se revisan periódicamente y se modifican cuando es necesario					x		
Los documentos obsoletos se descartan oportunamente						x	**Todo es 1ra versión**
Los documentos obsoletos retenidos para fines legales o de preservación del conocimiento se identifican adecuadamente					x		
Los documentos de calidad tienen una numeración única que incluye número de revisión, fechas de elaboración y revisión, impresión, numeración de páginas, número toral de páginas y las autorizaciones de circulación			x				
Existe un responsable de revisar y autorizar toda la documentación sobre la calidad	**GCP002**	x			x		**Definir mejor en el MACA[2]**
Los cambios a los documentos son revisados y aprobados por quienes hicieron la revisión original					x		
Se identifica el nuevo texto modificado, cuando es factible							
Se han definido autoridades y procedimientos para realizar enmiendas manuscritas en los documentos					x		
Las enmiendas manuscritas se marcan claramente y llevan firma y fecha					x		
Se publica el documento corregido					x		
Existen responsables de documentar los métodos analíticos y las instrucciones suplementarias del trabajo		x					
4.4.Revisión de solicitudes, licitaciones y contratos					x		
Existen procedimientos para la revisión de solicitudes, licitaciones y contratos							
Estos procedimientos aseguran que los métodos a aplicar estén definidos, documentados y entendidos		x	x				
Se revisan las solicitudes de análisis antes de aceptarlas para asegurarse de contar con las habilidades y recursos necesarios			x				
El laboratorio selecciona el método de ensayo adecuado para cumplir los requisitos del cliente			x				
Asegura que hay suficientes empleados calificados para dar cabida al tipo y volumen de pruebas			x				

[1] PSO: Procedimiento estándar de operación
[2] MACA: Manual de Calidad

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Se mantiene un registro de las revisiones, incluidos cambios significativos						**x**	
Se mantiene el registro de las discusiones importantes con los clientes sobre sus requisitos y los resultados						**x**	
La revisión cubre los trabajos subcontratados						**x**	No subcontratan
Se informa al cliente sobre cualquier desviación del contrato			**x**				
Cuando se enmiendan contratos se repite el mismo proceso de revisión y se comunican las modificaciones							
4.5.Subcontratación de ensayos						x	No subcontratan
Cuando se subcontratan trabajos, se asignan a un subcontratista competente, que cumpla la norma 17025						x	
Existe un registro escrito de notificación al cliente acerca de la subcontratación						x	
Se asegura la obtención de la aprobación del cliente antes de dar el trabajo en subcontratación						x	
El laboratorio responde ante el cliente por el trabajo del subcontratista						x	
Se mantiene un registro de los subcontratista utilizados						x	
Se mantiene un registro de las pruebas de cumplimiento de la norma 17025 por parte de los subcontratistas						x	
4.6.Compra de servicios y suministros							
Asegura una planeación del presupuesto anual de funcionamiento del laboratorio			x				Pasan pedidos y programan mantenimiento
Aplica procedimientos adecuados para adquisición de bienes y servicios			x				
Documenta las políticas y procedimientos relacionados con el manejo de los servicios administrativos y auxiliares a saber: recursos económicos, ejecución del presupuesto, atención al público y correspondencia			x		x		
Existe una política y procedimientos para la selección y adquisición de servicios y suministros que utiliza y que afectan la calidad de los ensayos			x				
Existen procedimientos para la compra, recepción y almacenamiento de reactivos y materiales consumibles relevantes para los ensayos y calibraciones			x		x		
Los suministros, reactivos y materiales no se utilizan hasta ser inspeccionados o hasta que se verifica que cumplen las especificaciones, y se mantiene un registro					x		Falta registro
Las solicitudes de compra describen claramente los servicios y suministros solicitados; su contenido es revisado y aprobado antes de su impresión			x				
Existe un procedimiento para la evaluación de los proveedores de materiales consumibles y servicios que afectan la calidad de los ensayos		x	x				
Se mantienen los registros de estas evaluaciones						x	No lo han aplicado
Existe una lista de proveedores aprobados					x		Hacerla

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
4.7.Servicio al cliente							
El laboratorio coopera con los clientes para aclarar sus solicitudes y para que pueda monitorear el desempeño del laboratorio			**x**				
El cliente tiene acceso razonable a las áreas importantes del laboratorio para presenciar los análisisis					**x**		
Existe un procedimiento que asegura que se da trámite adecuado y respuesta oportuna a la correspondencia recibida			**x**				
Se asegura que se cumplen los tiempos de respuesta acordados con el cliente			**x**				
Se asegura que se obtiene una autorización (por escrito) de todas las desviaciones de las políticas, procedimientos y metodologías prescritas en los documentos de calidad					**x**		
4.8 Reclamos							
Se dispone de política y procedimientos para resolución de reclamos de los clientes u otras partes	LAP001	x	x				
Se da solución a las quejas de clientes o de otras fuentes externas relacionadas con la calidad de los datos							No han habido quejas
Se mantienen registros de todos los reclamos, investigaciones y acciones correctivas							
4.9 Control de no conformidades en los ensayos							
Existen política y procedimientos para aplicar cuando algún aspecto de su trabajo, o los resultados, no se ajustan a sus propios procedimientos				x	x		Escribir política y reescribir el capítulo en el Manual
Se designan responsabilidades y autoridades para el manejo de no conformidades					x		
Se definen y toman acciones cuando se identifican no conformidades en los análisis				x	x		
Se realiza una evaluación de la importancia de las no conformidades en los análisis					x		
Se toman medidas correctivas de inmediato, junto con cualquier decisión de aceptabilidad de no conformidades					x		
Se notifica al cliente y se suspende el trabajo cuando es necesario						x	
Se define la responsabilidad para autorizar la reanudación del trabajo					x		
4.10. Acciones correctivas				x			Falta implantarlo
Existe política, procedimientos y autoridades apropiadas para implantar las acciones correctivas cuando se identifican no conformidades o desviaciones de las políticas y procedimientos del sistema de calidad		x	x				
Se investiga la causa de la no conformidad		x	no				
Se seleccionan y aplican las acciones correctivas mas apropiadas para eliminar el problema		x					
Se documentan los cambios requeridos que resultan de la investigación para las acciones correctivas		x					
Se monitorean los resultados para asegurar la efectividad de las acciones correctivas tomadas		x					

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Se auditan las áreas adecuadas cuando la identificación de no conformidades o desviaciones ocasiona dudas en el cumplimiento de las políticas o procedimientos		**x**					
4.11.Acciones preventivas				**x**			**implantarlo**
Se identifican las mejoras necesarias y las fuentes potenciales de no conformidades	**GCP004**	**x**					
Se desarrollan, implementan y monitorean planes de acción para reducir la probabilidad de ocurrencia de no conformidades y aprovechar las oportunidades de mejora		**x**					
Los procedimientos para las acciones preventivas incluyen el inicio de tales acciones y la aplicación de controles que aseguren su efectividad		x					
4.12. Control de registros							
Existen procedimientos para identificar, recolectar, indicar, acceder, archivar, almacenar y descartar los registros técnicos y de calidad	GCP006	X					
Los registros son legibles			X				
Los registros están almacenados y retenidos de forma que son fácilmente recuperables			X				
Las condiciones del sitio de almacenamiento son adecuadas para evitar daño o deterioro y prevenir pérdidas			X				
Existen tiempos de retención de los registros			x				Indefinido
Los registros se almacenan en forma segura y confidencial			x				
Existen procedimientos para proteger y respaldar los registros almacenados electrónicamente				x			Hacer back up periódico
Existen procedimientos para prevenir el acceso no autorizado o las enmiendas a registros electrónicos				x			
Se retienen por un periodo definido los registros originales, los datos derivados y la suficiente información para establecer la secuencia de la auditoría, de los registros de calibración, de los registros del personal y una copia de cada informe de análisis			x				Periodo indefinido
Los registros de cada análisis contienen suficiente información para facilitar la identificación de factores que afectan la incertidumbre y para permitir que el ensayo se repita bajo condiciones lo mas similares posibles			x				Utilizan cuadernos de cada analista
Los registros incluyen la identificación del personal responsable del muestreo, de de la ejecución de cada análisis y de la verificación de los resultados			No				Falta implementar la revisión
Las observaciones, datos cálculos se registran en el momento en que se realizan y son identificables con la tarea específica			X				
Cuando se cometen errores en los registros, cada error se tacha y se ingresa el valor correcto al lado				x			Aplicar esto
Los errores no se repisan, tachonan, ocultan, borran ni se hacen ilegibles				X			
Todas estas alteraciones a los registros se firman por parte de la persona que efectúa la corrección				X			
Existen medidas equivalentes para los registros almacenados electrónicamente y se evitan pérdidas o cambios de datos originales						X	

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
4.13. Auditorías Internas							**Falta implementarlo**
Existe una programación de auditorías internas que aborde todos los elementos del sistema de calidad				**x**			
Existe un procedimiento predeterminado para efectuar auditorías internas	**GCP003**	**x**	**No**				
Existe un responsable de planear y organizar auditorías según los requerimientos del programa y de la dirección del laboratorio			**No**	**x**			Implementar auditorías
Se efectúan auditorías internas de las actividades para verificar que cumplan los requisitos del sistema de calidad				X			
Las auditorías son efectuadas por personal capacitado calificado, independiente de la actividad auditar (si es posible)						X	
Se toman de manera oportuna las acciones correctivas cuando los hallazgos de la auditoría interna provocan dudas sobre la efectividad de las operaciones						x	
Se notifica al cliente, por escrito, si las investigaciones muestran que los resultados del laboratorio pueden verse afectados con estos hallazgos						X	
Se registran el área auditada, los hallazgos y las acciones correctivas que surjan						x	
Se efectúa seguimientos para verificar y registrar la aplicación y efectividad de las acciones correctivas						X	
Se llevan registros de los resultados de la auditoría, de la ejecución y de las acciones correctivas						x	
4.14 Revisiones por la dirección					x		No se hace porque no hay jefe
Revisar que éstas se cumplan periódicamente y abarquen todos los tópicos recomendados por la norma					X		
Existe un programa y un procedimiento predeterminado para que la dirección administrativa del laboratorio efectúe periódicamente una revisión del sistema de calidad y de las actividades analíticas					x		En el manual se interpreta mal dirección es la del laboratorio no la de la corp.
Se revisa anualmente el manejo del sistema de calidad para garantizar idoneidad y eficacia constantes y se hacen los cambios o mejoras necesarios					x		
Se revisa la idoneidad de las políticas y los procedimientos					x		
Se revisan los informes del personal directivo y de supervisión					x		
Se revisa el resultado de las auditorías internas					x		
Se revisan las acciones correctivas y preventivas					x		
Se revisan las evaluaciones hechas por organismos externos					x		
Se revisan los resultados de las pruebas de competencia					x		
Se revisan los cambios en el volumen y tipo de trabajo					x		
Se revisa el intercambio de información con el cliente					x		
Se revisan los reclamos					x		

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Se revisan factores como el control de calidad, los recursos y la capacitación del personal				**x**			
Se lleva registro de los resultados de la revisión del sistema de calidad y de las acciones derivadas				**x**			
La dirección asegura que tales acciones se llevan a cabo en periodos adecuados y concertados				**x**			
5.VERIFICACION DE LA IMPLEMENTACION DE LOS REQUISITOS TECNICOS SEGÚN LA NORMA ISO 17025							
5.1. Generalidades							
5.2. Personal de laboratorio							
Los analistas poseen un diploma técnico o equivalente apropiado y un número variable de años de experiencia, dependiendo de la complejidad técnica de sus deberes				X			
Se conserva evidencia documentada del desempeño de los analistas para llevar a cabo las pruebas asignadas					x		Con PT, pro no se identifica analista
Se mantiene registros actualizados de las calificaciones y experiencia de todo el personal técnico				x			Falta copia de la hoja de vida
Existen objetivos con respecto a la educación, capacitación y competencia del personal de laboratorio			no				Falta copia del manual de funciones
Existe política y procedimiento para identificar las necesidades de capacitación, relevante para las tareas del laboratorio	DARP002 DARP003	x	No				Aplicarlo
Se llevan registros de la capacitación de todo el personal					x		Llevar registro
Proporciona oportunidades de la capacitación al personal mediante capacitación interna/externa				X			Proporcionar capacitación
El personal de laboratorio es de planta o contratado y se mantiene los registros correspondientes					X		
Hay mecanismos para asegurar que todo el personal está al tanto y trabaja de conformidad con el programa de calidad del laboratorio					x		Implantarlo
Se mantienen las descripciones de puestos de personal directivo, técnico y de apoyo clave				X			
Documenta la políticas y procedimientos relacionados con el personal del laboratorio, a saber: capacitación, acuerdos de confidencialidad, desempeño del analista, sustitución del personal, calificaciones del personal					x		Revisar la política
Asegura que haya personal designado disponible para sustituir al personal clave (oficial de calidad, lideres de grupo)				x			No hay jefe Si hay personal para parte tecnica
Conserva en archivos los acuerdos de confidencialidad							
5.3. Instalaciones y condiciones ambientales							
Revisar suministros de energía, iluminación, condiciones ambientales, polvo, trastornos electromagnéticos, humedad, temperatura. Separación efectiva de áreas incompatibles							
Están documentadas las políticas y procedimientos relacionados con las instalaciones y condiciones ambientales, a saber: protección, limpieza y seguridad					x		Falta documenta en el manual la política

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Las instalaciones del laboratorio son adecuadas y facilitan la correcta ejecución de los análisis			**x**				
Las condiciones ambientales no invalidan los resultados ni afectan negativamente la calidad de los análisis			**x**				
Hay un monitoreo, control y registro de las condiciones ambientales del laboratorio (temperatura, humedad, calidad del aire					**x**		**No hay**
Se detienen los análisis cuando las condiciones ambientales comprometen los resultados						**x**	
Existe una separación adecuada y efectiva entre áreas cuyas actividades sean incompatibles			**x**				
Existen medidas a tomar para evitar la contaminación cruzada, cuando sea necesario						x	
Hay control sobre el acceso a oficinas y áreas del laboratorio			x				Portería
La iluminación es adecuada(por ejemplo, 100 lux) en las areas de trabajo			x				
Existe un suministro adecuado de energía (por ejemplo una caja de interruptores de suministro eléctrico de 200 amperios por cada 60 metros cuadrados)			x				
Hay suficientes tomas de corriente puestas a tierra adecuadamente y exentas de sobrevoltaje, así como reguladores de voltaje, si son necesarios			x				
Existe una fuente de poder de emergencia o de apoyo disponible, si es necesaria					X		
Hay suficientes fregaderos con agua corriente caliente y fría			X				
Hay un suministro adecuado de agua para reactivos y para dilución			X				
Las mesas de trabajo son de acero inoxidable, plástico epóxico o material liso e impermeable			X				
El espacio de trabajo es suficiente			X				
El área de piso es adecuada			X				
Hay suficientes campanas de extracción que puedan mantener una velocidad de entrada adecuada			X				
Se mantiene limpias y ordenadas las áreas del laboratorio			X				
Se controla el uso de materiales utilizados para limpiar y/o controlar plagas						X	
Hay sitios de almacenamiento refrigerado adecuados, incluyendo congeladores para muestras y otros materiales			X				
Lleva registros de las temperaturas de almacenamiento			X				
Los vertimientos provenientes de la actividad analítica son tratados adecuadamente			No				
Existen sistemas de tratamiento de efluentes líquidos y/o gaseosos y se dispone adecuadamente los residuos sólidos			No				
Seguridad e higiene industrial							
La localización del laboratorio es pertinente desde el punto de vista ambiental			X				

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Hay un comité o un encargado de seguridad que monitorea los asuntos de seguridad y el cumplimiento con los reglamentos de seguridad aplicables					**X**		
Existe un manual de higiene y seguridad	**LAS**	**X**					
Existen guías toxicológicas documentadas para los reactivos que se utilizan			**X**				
Existen planes de contingencia para accidentes en el laboratorio y se aplican los primeros auxilios				**x**			Falta plan
Existe un plan de evacuación y la señalización es adecuada			**x**				Falta plan de evacuación Ok señalización
Existe ducha de emergencia, lavadores de ojos,, botiquín			**X**				
Hay suficientes extinguidotes de fuego y su ubicación es adecuada			x				Hay 2
Se aplican simulacros con la debida frecuencia			No				Aplicar simulacro
Se usan los elementos de protección personal y esta reglamentado su uso y accesibilidad			X				
Existen salidas de emergencia			X				
Existen sensores para vapores y fuego y un sistema de alarma			No				
Existe un sistema de ventilación local y exhaustiva			No				
Existen condiciones de seguridad para el almacenamiento de reactivos			X				
Existe un manejo seguro de redes hidráulicas, eléctricas y de gases comprimidos			X				
Las sillas y los mesones son adecuados para el trabajo analítico			X				
Se entrena y capacita al personal en procedimiento de higiene y seguridad			x				
5.4. Métodos de ensayo y validación							
Están documentadas las políticas y procedimientos relacionados con los métodos analíticos e instrucciones suplementarias del trabajo, a saber: selección del método, validación, revisión y formatos	LAA001 a LAA008		x		x		Falta política en el manual
El laboratorio aplica métodos apropiados para todos los análisis dentro de su alcance, incluyendo muestreo, manejo, transporte, almacenamiento y preparación de muestras			x				
Existen instrucciones para el manejo y operación de todo el equipo relevante y de los elementos de análisis			x				
Las instrucciones, normas manuales y datos de referencia relevantes para el trabajo de laboratorio se actualizan y están fácilmente disponibles para el personal			x		x		Se deben revisar y actualizar si es el caso
Las desviaciones de los métodos de análisis solo ocurren cuando están documentadas, justificadas técnicamente, autorizadas y aceptadas por el cliente					x	x	No ha sucedido pero se debe documentar
Los métodos de análisis utilizados son de preferencia los publicados en normas internacionales, regionales o nacionales	LAA 001 a LAA 008		X				
Se utilizan las últimas ediciones vigentes de tales normas			X				

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Cuando es necesario, las normas están complementadas con detalles adicionales que aseguran su aplicación consistente			**X**				
Se utilizan métodos desarrollados o adaptados por el laboratorio y se demuestra su validez, cuando aplique						**X**	
Se efectúa confirmación de que el laboratorio puede operar adecuadamente los métodos estandarizados, antes de iniciar los análisis				**x**	**x**		**Falta hacer validaciones**
Cuando el método estandarizado cambia, se repite la confirmación					**X**		
Se informa al cliente, cuando es necesario, que el método solicitado es obsoleto o inapropiado					x	X	
Se planifica el uso de métodos desarrollados en el laboratorio y se asigna personal calificado, con los recursos apropiados						X	
Estos planes se actualizan según la evolución del desarrollo y se asegura una comunicación efectiva entre todo el personal involucrado						X	
El uso de métodos no estandarizados está sujeto al acuerdo con el cliente e incluye especificación de los requisitos del cliente y el propósito del análisis					X		
Se validan apropiadamente los métodos no estandarizados antes de su uso.				X			
Se efectúan validaciones de todos los métodos analíticos				x			Hacer validaciones
El alcance de la validación responde a las necesidades de la aplicación del método				X			
Se mantiene registros de las validaciones, el procedimiento utilizado y la declaración de que se ajusta al uso propuesto				X			
Se calibra con el uso de normas o materiales de referencia				X			Llevar registro de calibraciones
Se comparan los resultados obtenidos con otros métodos						X	
Analiza muestras de verificación elaboradas por terceros (el lugar de pruebas de desempeño)			X				PT Kimberly
Se efectúa una evaluación sistemática de los factores que influyen en los resultados						x	
Se efectúa una evaluación de la incertidumbre de los resultados con la identificación de todos los componentes y una estimación razonable de esta				x			
El rango y exactitud de los valores que se pueden obtener con métodos validados son relevantes para las necesidades de los clientes (incertidumbre, LD, selectividad, linealidad, repetibilidad, reproducibilidad, precisión, exactitud, recuperación)				x			Faltan validaciones
Se llevan a cabo revisiones regulares para verificar que se siguen cumpliendo las necesidades del cliente					X		
Existe un procedimiento para estimar la incertidumbre de medición, identificando todos los componentes				X			

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Los cálculos y la transferencia de datos (resultados de análisis) están sujetos a verificaciones adecuadas de manera sistemática			**x**		**x**		**Hacer revisión**
El equipo electrónico para adquisición, procesamiento, registro., informe, almacenamiento o recuperación de resultados se hace mediante programas (software documentados y validados para su uso						**X**	
Existen y se aplican procedimientos para la protección de datos, incluyendo su integridad y confidencialidad					**X**		
Se brinda mantenimiento a los computadores y equipo automatizado						**X**	
5.5.Equipos							
Están documentadas las políticas y procedimientos relacionados con los equipos, insumos y servicios del laboratorio, a saber: adquisición, control de inventario, mantenimiento y calibración de equipos			**x**		**x**		Escribir política si tienen inventario
El laboratorio cuenta con todos los elementos de muestreo, medición y equipos de análisis requeridos para la correcta ejecución de los ensayos y calibraciones			X				
Todos los equipos, insumos y servicios adquiridos se ajustan a las especificaciones requeridas y están en capacidad de lograr la exactitud requerida			X				
Existe un programa de calibración para valores y cantidades claves de los instrumentos que inciden significativamente en los resultados			X				
Se calibra el equipo, antes de su uso, para verificar que cumple los requisitos específicos			X				
El equipo es operado por personal autorizado			X				
El personal autorizado para operar el equipo tiene fácil acceso a las instrucciones actualizadas sobre su uso y mantenimiento			X				
Cada elemento del equipo y el software usado para analisis que sea importante para los resultados tiene una identificación clara y única, cuando es factible			x				
Se mantiene un registro de cada elemento importante del equipo (hoja de vida), que incluye: identidad, nombre del fabricante, modelo, número de serie, verificación de cumplimiento de especificaciones, ubicación actual, instrucciones del fabricante, informes de calibraciones, plan de mantenimiento, y reporte de daños, modificaciones o reparaciones			x				Solo falta tener formato para reportar ubicación
Existen procedimientos para el manejo seguro, transporte, almacenamiento, uso y mantenimiento planificado del equipo de medición			x				No transportan equipos salvo los de campo
Se aisla o marca adecuadamente el equipo fuera de servicio o que esté sometido a sobrecarga, manejo inadecuado o que proporcione resultados dudosos				X			
Se examinan las consecuencias de los defectos o desviaciones de los límites especificaciones en los equipos y se ejecuta el procedimientos de control de no conformidades					X		

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
El equipo que requiere calibración es etiquetado, codificado o identificado para indicar el estado de calibración, la fecha de la última calibración y el criterio de vencimiento			**X**				
Existe y se aplica un procedimiento para verificaciones intermedias que mantengan la confianza en el estado de calibración del equipo			**x**				
Existen procedimientos para asegurar que las copias de datos se actualizan cuando las calibraciones dan lugar a factores de corrección					**x**		
El equipo de análisis y calibración se protege de ajustes o cambios que puedan invalidar los resultados							
Se mantiene un inventario actualizado de todo el equipo utilizado para análisis instrumental que incluya número de inventario, descripción y ubicación			**X**				
5.6. Trazabilidad de las mediciones							
Existe y se aplica un programa y procedimientos definidos para la calibración de equipos que tengan efecto significativo sobre la exactitud o validez de los resultados			x				Falta calibrar bureta digital
El programa de calibración debe incluir la selección, uso, calibración, verificación, control y mantenimiento de las normas de medición			X				
El programa de calibración de equipo debe garantizar la Trazabilidad de las calibraciones al SI			x		x		Falta para temperatura ok para balanza
Existe una cadena ininterrumpida de Trazabilidad de las calibraciones			x				
Se mantiene un registro que demuestra que los servicios de calibración externos demuestran su competencia, capacidad de medición y Trazabilidad			x				
Los certificados de calibración de equipos contienen los resultados de la medición, la incertidumbre y la declaración de cumplimiento con especificaciones petrológicas identificadas			x				
Se garantiza la confianza en la Trazabilidad de las calibraciones que no se pueden referir estrictamente al SI, mediante uso de MRC, métodos acordados o normas de consenso					x		
EL laboratorio participa en pruebas de desempeño interlaboratorios, según corresponda							
Se mantienen los registros de los resultados de comparación entre laboratorios							
Existe y se aplica un procedimiento para la calibración de los estándares de referencia, que puede ser a través de un organismo que proporcione trazabilidad							
Los materiales de regencia son trazables al SI o a los MRC							
Se llevan a cabo controles para mantener la confianza en el estado de calibración de los estándares de referencia y materiales de referencia							

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Se tienen procedimientos para el manejo, transporte, almacenamiento y uso seguro de los materiales de referencia a fin de prevenir la contaminación o deterioro y proteger su integridad					**x**		**Escribir las instrucciones de uso y almacenamiento**
Existe una lista maestra del material de referencia					**x**		
Existen pesas certificadas disponibles para calibración de balanzas						**x**	
Se calibran periódicamente las balanzas, ya sea interna o externamente			**x**				
Se utiliza material aforado de vidrio clase A, cuando sea apropiado para asegurar la exactitud de las medidas volumétricas, o calibra el material empleado			**x**				Material clase A
Los termómetros se calibran anualmente usando termómetros certificados				x			
Conserva en archivo los certificados de vidriería, pesas y termómetros, cuando se requiere					x		Crear el archivo
5.7.Muestreo							
Existe un plan de muestreo y procedimientos para la obtención de muestras			x		x		El plan (documento) se puede mejorar
El plan y los procedimientos de muestreo están disponibles en los sitios de muestreo	Falta instructivo				x		Deben llevarlo
En el proceso de muestreo se consideran los factores a controlar para asegurar la validez de los resultados			X				
Se registran detalladamente las adiciones o exclusiones del plan de muestreo solicitadas por el cliente, en todos los documentos que contengan resultados de los análisis			X				
Existen procedimientos para registrar los datos y las operaciones de muestreo que forman parte del análisis	LAP005F3, F4,F5		x				
Los registros de muestras incluyen el procedimiento de muestreo, el responsable de las muestras, las condiciones ambientales (si aplica), y diagramas u otros medios que identifiquen la ubicación del sitio de muestreo	LAP009 a12		x				
5.8. Manejo de muestras							
Existen y se aplican procedimientos para el transporte, recepción, manejo, protección, almacenamiento, retención y descarte de muestras de ensayo, incluidas las medidas necesarias para proteger la integridad de las muestras y los intereses del laboratorio y del cliente	LAP006 LAP007		x		x		En custodia y documentación
Existe y se aplica un sistema para la identificación de las muestras	LAP005		X				
La identificación de las muestras se retiene durante su permanencia en el laboratorio			x				
El sistema de identificación evita que las muestras se confundan físicamente ni en los registros					x		Falta conocer el año, Elcod reinicia cada año
Se registran las anormalidades o desviaciones de las condiciones normales o específicas cuando se reciben las muestras					X		

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Existen procedimientos e instalaciones adecuadas para evitar el deterioro, pérdida o daño de las muestras durante el almacenamiento, manejo y preparación			**X**				
Se siguen las instrucciones de manejo establecidas para las muestras			**X**				
Se lleva un control y registro de las condiciones ambientales par muestras que requieren condiciones específicas			**X**				
Existen medidas de almacenamiento y seguridad que protejan las condiciones e integridad de las muestras que requieran custodia especial					**X**		
Documenta las políticas y procedimientos relacionados con el manejo de muestras, a saber: cadena de custodia, recepción, identificación, pretratamiento, almacenamiento, tiempo de espera, eliminación					x		Escribir
Proporciona suministros de campo a quien corresponda por solicitud previa (botellas para muestra, reactivos, instrumentos de medición)	LAP012	x	**x**				
Lleva registros apropiados de los suministros de campo proporcionados					X		Falta formato
Asegura que hay cadena de custodia o registros de seguimiento de muestras desde la toma de éstas hasta su eliminación, cuando corresponda			X				
Revisa las muestras y lleva registros de sus características, por ejemplo, muestra dañada o insuficiente para análisis					X		
Asigna una identificación de laboratorio única a las muestras, etiqueta la muestra y registra su código de identificación			x				Etiquetan solo con cinta
Cumple con las condiciones para el pretratamiento de muestras (filtración, homogenización) antes de la prueba			X				
Lleva registros del pretratamiento de muestras						X	
Almacena las muestras en las condiciones requeridas antes de la prueba			X				
Almacena las muestras de manera que se satisfagan las condiciones de protección, seguridad, separación de muestras incompatibles, separación de estándares y suministros y facilidad de obtención			X				
Asegura que se cumplan las condiciones para los tiempos de espera de las muestras, con base en la fecha del muestreo			X				
Elimina las muestras después de un tiempo adecuado que cumpla con las obligaciones legales o contractuales					X		
5.9.Aseguramiento de la calidad de los resultados							
Existen y se aplican procedimientos de control de calidad para verificar la validez de los resultados analíticos				x			Aplicar
Los resultados de control de calidad se registran de tal manera que se detectan las tendencias (cartas de control o su equivalente)				x			
Se aplican técnicas estadísticas para revisar los resultados de control de calidad				x			

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Hay un uso regular de MRC y control de calidad interno mediante uso de MR secundarios				**X**			
Se participa en comparaciones interlaboratorios y/o programas de prueba de competencia			**X**				
Se hace reproducción de análisis con los mismos o diferentes métodos (reproducibilidad)				**X**			**Validaciones**
Se hace repetición de análisis de las muestras (repetibilidad)				**X**			
Se correlacionan los resultados para diferentes características de una muestra					x		
Se realizan las pruebas pertinentes para verificar que el agua para reactivos y diluciones esté exenta de sustancias que interfieran con los métodos analíticos					**x**		Hacer control de calidad
Se utilizan rutinariamente muestras de control de calidad				x			Utilizar
5.10.Informe de Resultados							
Revisar que se reporten de manera precisa, clara, objetiva							
MANEJO DE LA INFORMACION							
Están documentadas las políticas y procedimientos relacionados con el manejo de información, a saber: registros de datos que deben llevarse, resultados inexistentes o no conformes, cifras significativas, validación de datos, contenido del reporte de la prueba, almacenamiento de registros, acceso a registros, eliminación de registros	LAP005				x		Falta política Aplicar cifras significativas
Se mantienen en formato impreso o magnético los registros de todos los datos utilizados para generar reportes de pruebas, por ejemplo, pruebas requeridas, datos de muestreo, datos de pruebas, resultado calculados, reportes de pruebas.			X				
Se aísla la información importante del muestreo, según corresponda para incorporarla al reporte de pruebas, por ejemplo, tipo de muestra, método de muestreo, fecha, volumen de muestra			X				
Se llevan registros de todos los datos de la prueba originales (incluyendo los datos sobre control de calidad) en formato permanente (por ejemplo, hojas de trabajo, impresión por instrumentos o medio magnético) cuando se realizan las observaciones y asegurarse de que cualquier modificación a los datos originales se haga sin volver confuso el registro original			x				Salvo tachones OK
Se asegura que la información relevante acompañe los datos de prueba, por ejemplo, nombre del analista, código de la muestra, método empleado, fecha de la prueba			X				
Se registran todos los resultados cualculados en formato permanente			X				
Se incorpora una marca al reporte de pruebas sin no existe el resultado			X				
Se incorpora una marca al reporte de pruebas si se califica un resultado debido a no conformidades							
Se utiliza apropiadamente las cifras significativas en los reportes de resultados				X			

LISTA DE CHEQUEO PARA ASESORÍA DE LABORATORIOS AMBIENTALES

Requerimiento	Documento	D	I	NC	OM	NA	Comentarios
Se incorpora una marca adecuada al reporte de la prueba cuando los datos reportados son menores al límite de detección			**X**				
Se verifica todos los cálculos y las transcripciones de datos, y se comparan con valores esperados, intervalos o relaciones cuando corresponde			**x**		**x**		**Solo falta revisión de los calculos**
Se llevan registros de la validación de datos				**X**			
Existen y se suministran reportes de pruebas que contengan información adecuada, según corresponda: nombre y dirección del laboratorio y del cliente, identificación, tipo y ubicación de la muestra, método y fecha del muestreo, fecha de la prueba, método analítico utilizado, resultado, resultados de control de calidad, nombre del analista, nombre de quien revisa y aprueba			**X**				
Se notifica inmediatamente al cliente por escrito si se duda de la validez de los resultados de un reporte					X		
Se emiten según se requiera, reportes de pruebas revisados, identificados como suplementarios, que citen la identificación del reporte de pruebas original					X		
El reporte de pruebas es revisado y aprobado por el personal asignado antes de ingresarlo a la base de datos						X	
Se almacenan todas las copias impresas y electrónicas de los registros de tal manera que se cumplan las condiciones de protección y puedan recuperarse fácilmente			X		X		Aplicar claves de acceso a computadores
Se verifica que el acceso a todas las copias impresas y electrónicas de los registros sea controlado			x		x		Idear
6. ORIENTACION EN LA ELABORACION DE DOCUMENTACION DEL SISTEMA DE CALIDAD (MANUAL DE CALIDAD, PROCEDIMIENTOS ESTANDAR DE OPERACIÓN, ETC.)							

Clave:

Requerimiento: detalle específico del sistema de calidad
Documento: referencia del documento del sistema de calidad que describe cada requerimiento
Calificación: D, I, NC, OM, NA
D = Proceso documentado de manera adecuada
I = Proceso implantado eficazmente
NC = No conformidad; no cumple los requerimientos
OM = Oportunidad de mejora; cumple parcialmente los requerimientos o puede causar dificultades posteriores
NA = No aplica para este requerimiento en este laboratorio
Comentarios : notas en las observaciones efectuadas, detalles específicos * = aspecto no revisado en la auditoría

ANEXO D

ANEXO D: LISTA DE CHEQUEO COMPLEMENTARIA

Los **documentos del Sistema de Calidad** que se encuentran en el laboratorio son los siguientes:

1. **MANUAL DE CALIDAD (LAM)**
2. **PROCEDIMIENTOS GENERALES DEL SISTEMA DE CALIDAD (GCP)**
3. **PROCEDIMIENTOS GENERALES DE LABORATORIO (LAP)**
4. **PROCEDIMIENTOS GENERALES DE RECURSOS HUMANOS (DAR)**
5. **PROCEDIMIENTOS ANALÍTICOS DE LABORATORIO (LAA)**
6. **PROCEDIMIENTOS GENERALES DE COMPRAS (DAC)**
7. **MANUAL DE SEGURIDAD DEL LABORATORIO (LAS)**
8. **ANEXOS**
9. **FORMATOS**

La elaboración de los documentos citados se basó en la ISO 9000. A continuación, se hará una descripción de las no conformidades encontradas en los documentos escritos en el orden anteriormente dispuesto, teniendo como referencia el ajuste a la ISO 17025.

1. MANUAL DE CALIDAD

El contenido del manual de calidad es el siguiente:

TABLA DE CONTENIDO

1. GENERALIDADES.....

1.1 OBJETIVOS Y ALCANCE DEL MANUAL DE LA CALIDAD
1.1.1 OBJETIVOS .....
1.1.2 POLITICA GERENCIAL .....
1.1.3 ALCANCE .....

1.2 CÓDIGOS Y NORMAS NACIONALES Y/O INTERNACIONALES .....

1.3 ABREVIATURAS Y DEFINICIONES.....
1.3.1 ABREVIATURAS.....
1.3.2 DEFINICIONES.....

1.4 REFERENCIAS.....
1.4.1 ANTECEDENTES .....
1.4.2 DOCUMENTOS.....

2. REQUISITOS DEL SISTEMA DE LA CALIDAD.....

2.1 SISTEMA DE CALIDAD .....
2.1.1 MANUAL DE CALIDAD .....

2.1.2 MANUAL DE PROCEDIMIENTOS .....
2.1.3 MANUAL DE PROCEDIMIENTOS GENERALES DEL SISTEMA DE CALIDAD .....

2.2 ORGANIZACION Y GESTION .....
2.2.1 IDENTIFICACIÓN DEL LABORATORIO DE ANÁLISIS DE AGUAS DE LA CARDER .....
2.2.2 ORGANIZACIÓN DEL LABORATORIO .....
2.2.3 FUNCIONES DEL PERSONAL DEL LABORATORIO Y DE CAMPO
2.2.4 ESTRUCTURA DE LA CORPORACIÓN AUTÓNOMA REGIONAL DE RISARALDA CARDER .....

2.3 CONTROL DE LA DOCUMENTACION Y LA INFORMACION

2.3.1 GENERALIDADES .....
2.3.2 APROBACION Y EDICION DE DOCUMENTOS Y DATOS
2.3.3 CAMBIO DE DOCUMENTOS Y DATOS .....
2.3.4 DIFUSIÓN .....

2.4 REVISION DEL PEDIDO, LA OFERTA O EL CONTRATO .....
2.4.1 EVALUACIÓN DE PROVEEDORES .....
2.4.2 SELECCIÓN DE PROVEEDORES .....
2.4.3 PROCEDIMIENTOS DE ENTRADAS Y PEDIDOS .....
2.4.4 DEVOLUCIONES Y REPARACIONES .....
2.4.5 REVISIÓN DEL CONTRATO CON ENTIDAD PROVEEDOR

2.5 ADQUISICION DE SERVICIOS Y SUMINISTROS .....

2.6 SERVICIOS AL CLIENTE Y RETORNO DE LA INFORMACION AL CLIENTE

2.7 CONTROL DE NO CONFORMIDADES EN LOS ENSAYOS .....

2.8 ACCIONES CORRECTIVAS Y PREVENTIVAS .....
2.8.1 ACCION CORRECTIVA .....
2.8.2 ACCION PREVENTIVA .....

2.9 REGISTROS .....

2.10 AUDITORIAS INTERNAS DE CALIDAD .....

2.11 REVISION POR LA DIRECCION .....

3. REQUISITOS TECNICOS .....

3.1 GENERALIDADES .....
3.2 PERSONAL .....

3.3 LOCALES Y CONDICIONES AMBIENTALES .....

3.4 METODOS DE ENSAYO Y CALIBRACION.....
3.4.1 SELECCION DE LOS ANALISIS O ENSAYOS A REALIZAR
3.4.2 METODOLOGIA PARA LA EJECUCION DE ENSAYOS
3.4.3 METODOLOGIA PARA LA PREPARACION DE MUESTRAS

3.5 EQUIPAMIENTO.....

3.6 TRAZABLILIDAD DE LAS MEDICIONES .....

3.7 MUESTREO .....

3.8 MANIPULACION DE LOS ELEMENTOS A ENSAYAR .....

3.9 ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS

3.10 INFORME DE RESULTADOS.....

A continuación se relacionan los cambios requeridos en los documentos en los cuales se encuentren no conformidades u opciones de mejora. Incluyendo si es el caso, entre paréntesis el item de la 17025 que se debe cumplir.

1.1.Cambiar el título OBJETIVOS Y ALCANCE DEL MANUAL DE CALIDAD **POR** POLÍTICA DE CALIDAD con los siguientes ítems:

1.1.1. Objetivos (permanece)
1.1.2. Política Gerencial (se complementa adicionando la política de Dirección del laboratorio).
- Viñeta delegación de la autoridad: Organizar el texto.

1.1.3. Alcance: Cambiar ya que las pruebas que se van acreditar son 5 y no 9.
- Viñeta identificación del laboratorio: Cambiar el nombre Organización y Gestión, por Identificación del laboratorio.

- Viñeta a modificar: Cambiar el nombre funciones del personal y campo por CAMPO de ACTIVIDADES.

- Actualizar la estructura administrativa.

1.2 CODIGOS Y NORMAS NACIONALES Y/O INTERNACIONALES

Complementar ya que la norma 17025 tiene en cuenta otras normas que no se tenían en cuenta en la norma Iso 9002 ni Iso 9003.

1.2. Requisitos Del Sistema De Calidad

1.2.1 Re escribir ya que está basado en la 9003. Agregar jerarquía de los documentos de calidad.

1.2.1.1 Manual de calidad: Complementar definición.

1.2.3.CONTROL DE DOCUMENTACIÓN Y LA INFORMACIÓN.(4.3)[1]

1.2.3.1.No se tiene política por lo cual hay que elaborarla.

1.2.3.3.Cambio de Documentos y Datos: En este ítem se hace referencia a la norma 9002-94 por lo cual debe cambiarse a la 17025.

1.2.4.REVISIÓN DEL PEDIDO, LA OFERTA O EL CONTRATO:(4.4)

Hace falta la política para las compras.

1.2.5.ADQUISICIÓN DE SERVICIOS Y SUMINISTROS: (4.6)

No es clara por lo cual debe reescribirse y tener en cuenta las políticas hacia subcontratación en donde se incluyan:

1.2.5.1.Criterios de calificación
1.2.5.2.Evaluación de laboratorios
1.2.5.3.Utilización de equipos e instalaciones externas.
1.2.5.4.Definición de responsabilidades.

1.2.6.SERVICIO AL CLIENTE Y RETORNO DE LA INFORMACIÓN AL CLIENTE.(4.7)

No se cuenta con una política por lo cual hay que escribirla ya que la ISO 17025 va encaminada hacia la satisfacción del cliente.

- QUEJAS

No se cuenta con una política para la resolución de quejas recibidas de los clientes u otras partes.

1.2.7.CONTROL DE NO CONFORMIDADES EN LOS ENSAYOS

[1] Los números que aparecen en paréntesis corresponden a los ítem de la ISO 17025

No se cuenta con una política y lo que se tiene escrito no es claro; Escribir la política y hacer referencia al manual de procedimientos donde se debe complementar el protocolo con:

Designar responsabilidades y autoridades para el manejo de no conformidades.

Definir y tomar acciones cuando se identifiquen no conformidades en los análisis.

Realizar una evaluación de la importancia de las no conformidades en los análisis.

Tomar medidas correctivas de inmediato, junto con cualquier decisión de aceptabilidad de no conformidades.

Notificar al cliente y suspender el trabajo cuando es necesario.

Definir la responsabilidad para autorizar la reanudación del trabajo (Lo anterior se refiere al 4.9 de la 17025).

1.2.8. ACCIONES CORRECTIVAS (4.10),

Hace falta la política y falta implementarlo

- PREVENTIVAS (4.11)

Hace falta la política y falta implementarlo.

1.2.9. REGISTROS:(4.12) Conforme

1.2.10. AUDITORIAS INTERNAS (4.13)

Falta implementarlo, No existe un procedimiento predeterminado para efectuar auditorias internas.

No existe un responsable de planear y organizar auditorías.

1.2.11 REVISIÓN POR LA DIRECCIÓN (4.14)

Reescribir y aclarar que se trata de la Dirección del laboratorio y no de la Corporación.

Además incluir todos los deberes en el manual de funciones y en el manual de procedimientos ya que no están escritos.

1.3. **Requisitos Técnicos** (5)

No se cuenta con una política por lo cual hay que elaborarla.

1.3.2.PERSONAL (5.2)

Complementar la política

1.3.3. LOCALES Y CONDICIONES AMBIENTALES: cambiar el nombre a **Instalaciones y Condiciones Ambientales** (5.3)

Hace falta incluir en el manual de calidad con su respectiva pólítica.

1.3.4. MÉTODOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN cambiar el nombre A **Métodos de Ensayo y Calibración y Validación** (5.4.)

Hace falta escribir política.

1.3.5. EQUIPAMIENTO: cambiar el nombre a **Equipos** (5.5.)

Hace falta escribir la política en el manual de calidad.

1.3.6. TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES(5.6)

No tiene política y hace falta complementar la información que allí se tiene.

1.3.7. MUESTREO (5.7)

No se tiene política, por lo tanto hay que elaborarla

1.3.8. MANIPULACIÓN DE ELEMENTOS A ENSAYAR (5.8.)

Cambiar por este titulo: Manejo de ELEMENTOS DE ENSAYO y Escribir política.

1.3.9. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS (5.9.)

No se tiene política, por lo cual se debe elaborar.

1.3.10. INFORME DE RESULTADOS (5.10)

No se tiene política escribir

Finalmente se debe volver a hacer una paginación al agregar todas las correcciones que anteriormente se describieron y reenumerar los títulos, Además escribir la tabla de contenido.

2.PROCEDIMIENTOS GENERALES DEL SISTEMA DE CALIDAD

2.1. Contenido

2.1.1.NORMA CERO
2.1.1.1.Definiciones

a) Hace falta ser mas claro en decir quien es el representante de la gerencia.
b) Documento de distribución no controlada: hace falta aclarar quien autoriza
c) En la definición de manual de calidad aclarar con ISO 17025
d) Manual de procedimientos generales: Aclarar bien esta definición
e) Métodos de Análisis, definir mejor
f) Representante de la Gerencia, esta definición no aplica
g) Responsables de área: Mejorar la redacción y cambiar definición a la real del laboratorio

2.1.2.CONTROL DE DOCUMENTOS, DISTRIBUCIÓN Y REVISIÓN

2.1.2.1.Identificación de los documentos

a) Actualizar la lista maestra de los documentos
b) actualizar definición de manual de calidad.

2.1.2.2. Responsabilidades

a) Definir las responsabilidades con respecto a los documentos deacuerdo a la realidad del laboratorio.

2.1.2.3.Procedimiento

a) Definir el uso de formato de registro de cambios en documentos.
b) Falta protocolo de uso del cuaderno (4.12) en la norma 17025.

2.1.3.PROGRAMACIÓN Y REALIZACIÓN DE AUDITORIAS INTERNAS

a) Redefinir auditor interno
b) Escribir procedimiento para realizar auditorías internas, y definir la responsabilidad de esto en la corporación.

2.1.4.ACCIONES CORRECTIVAS Y PREVENTIVAS
2.1.5.CALIFICACIÓN DE AUDITORES DE CALIDAD
2.1.6.REVISION Y EVALUACIÓN DEL SISTEMA DE CALIDAD

a) Escribir el procedimiento para llevar a cabo una evaluación continua del sistema de calidad y ajustarlo a la realidad de la corporación en la conformación del comité de calidad.

2.1.7.DOCUMENTOS EN MEDIOS MAGNÉTICOS

a) El procedimiento para llevar registros de documentos en medios magnéticos. debe actualizarse y ajustarse a la realidad del laboratorio.

2.1.8.IDENTIFICACIÓN DE NECESIDADES DE TÉCNICAS ESTADÍSTICAS Y SU APLICACIÓN
a) Reescribir este capitulo de acuerdo al control de calidad analítica y a las validaciones.

3. PROCEDIMIENTOS GENERALES DEL LABORATORIO

3.1.Contenido

3.1.1. MANEJO DE QUEJAS DE LOS CLIENTES.
3.1.2. PROCEDIMIENTO PARA UTILIZAR LAS TÉCNICAS ESTADÍSTICAS.
3.1.3. PROCEDIMIENTO PARA REALIZAR EL MANTENIMIENTO AL LABORATORIO.

En responsabilidad no está bien identificado cual es el formato de registro de mantenimiento.
Complementar con el mantenimiento de las instalaciones

3.1.4. PROCEDIMIENTO PARA CONTROLAR EL MANTENIMIENTO AL LABORATORIO.

Falta escribir como se aísla o marca adecuadamente el equipo fuera de servicio o que esta sometido a sobrecarga, manejo inadecuado o que proporciones resultados dudosos(5.5.)

Falta elaborar formato para reportar ubicación.

El LAP 005, LAP 006. Debería llamarse Manejo de muestra como en la 17025 (5.8)

3.1.5. PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN Y SEGUIMIENTO DE MUESTRAS.
3.1.6. PROCEDIMIENTO PARA INDICAR EL ESTADO DE LAS MUESTRAS.
3.1.7. PROCEDIMIENTO PARA EL MANEJO Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS, REACTIVOS E INSUMOS.
3.1.8. PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE LOS PROCESOS ANALÍTICOS.

3.1.9. PROCEDIMIENTO PARA LA TOMA DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS BACTERIOLÓGICO.

3.1.10. PROCEDIMIENTO PARA LA TOMA DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS FÍSICO-QUÍMICO.

3.1.11. PROCEDIMIENTO PARA LA TOMA DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS DE OXÍGENO DISUELTO.

3.1.12. PROCEDIMIENTO PARA UTILIZAR LOS SERVICIOS DEL LABORATORIO.

3.1.13. LISTADO DE EQUIPOS Y APARATOS

3.1.14. PROCEDIMIENTO PARA UTILIZAR LAS TECNICAS ESTADÍSTICAS

Cambiar objetivo y hacerlo mas claro y aplicable a los procedimientos que se llevan a cabo en el laboratorio.
Este procedimiento debe complementarse con linealidad, precisión, Repetibilidad, Reproducibilidad, Robustez, Exactitud, Selectividad, Incertidumbre, cifras significativas.

En el manual de procedimientos generales del laboratorio hace falta incluir todo lo respectivo a validación de los métodos junto con su elaboración de formatos

En el manual de procedimientos generales de laboratorio hace falta incluir el control de calidad de los métodos analíticos junto con su elaboración de formatos.

Hace falta incluir la revisión por la alta dirección (4.14)

4. PROCEDIMIENTOS ANALÍTICOS DEL LABORATORIO

4.1.Contiene

4.1.1. PROCEDIMIENTO PARA LA TOMA Y PRESERVACIÓN DE LAS MUESTRAS
4.1.2.PROCEDIMIENTO PARA LA TOMA DE TEMPERATURA.
4.1.3. PROCEDIMIENTO PARA LA TOMA DE PH.
4.1.4. PROCEDIMIENTO PARA LA TOMA DE LA CONDUCTIVIDAD.
4.1.5. PROCEDIMIENTO PARA EL ANÁLISIS DE OXÍGENO DISUELTO.
4.1.6. PROCEDIMIENTO PARA EL ANÁLISIS DE LA DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO.
4.1.7. PROCEDIMIENTO PARA EL ANÁLISIS DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO
4.1.8. PROCEDIMIENTO PARA EL ANÁLISIS DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES.

El manual de procedimientos analíticos del laboratorio se debe rescribir, basándose en la realidad del laboratorio, ya que los que actualmente aparecen en este manual son copia de los del IDEAM, esto quiere decir que casi todo el manual se debe rescribir.

5. PROCEDIMIENTOS GENERALES DE RECURSOS HUMANOS

5.1. PROCEDIMIENTO PARA IDENTIFICAR NECESIDADES DE CAPACITACIÓN.

Cambiar el alcance a solo el laboratorio que se va a acreditar

Responsabilidad
Averiguar quien hace esto en la corporación y dirijirlo mas al laboratorio.
En el punto 5.2.2. de la norma 17025 La dirección del laboratorio debe formular las metas con respecto a la educación , capacitación y habilidades del personal del laboratorio, incluirlo en el manual.
El personal calificado se evalúa cada 5 años o antes de este tiempo si se dan cambios tecnológicos o estructurales. Ajustar a la realidad de la corporación y reescribir ya que cada 5 años es demasiado tiempo

5.2 PROCEDIMIENTO DE CAPACITACIÓN INTERNA.
Cambiar alcance, y definir la responsabilidad

5.3. PROCEDIMIENTO DE CAPACITACIÓN EXTERNA.
5.3.1. El objetivo : Conforme
5.3.2. El alcance está dirigido a toda la Corporación, es mejor dirigirlo solo a las personas que componene el sistema de calidad, para así dar mejor cumplimiento.

5.3.3. Responsabilidades. Investigar si estos son realmente los responsables.
5.3.4. Procedimiento: Investigar si se está implementando.

5.4. REGISTROS Y ARCHIVOS

Defir un responsable de los registros de calidad que puede ser el futuro jefe de laboratorio.

El objetivo de control de registros de calidad DEBE CAMBIARSE POR Establecer los lineamientos para la identificación, recolección, indización, acceso, clasificación, almacenamiento, consecución y eliminación de los registros generados por los procedimientos de la jefatura de Recursos humanos.

5.5. SELECCIÓN Y APROBACIÖN DE SUBCONTRATISTAS DE CAPACITACIÓN

5.5.1. OBJETIVO Establecer el procedimientos para seleccionar y aprobar a los subcontratistas que proveen a la Carder el servicio de capacitación

5.6. ESTRUCTURA ORGANIZATIVA

Anexar la función de muestreo a personal que tiene esta función.
Cambiar el jefe inmediato Coordinador del Área de Evaluación y Seguimiento por el Jefe de Laboratorio

Redistribuir las funciones con el jefe de laboratorio cuando lo haya

La auxiliar de servicios generales ya no es Gladis, actualizar

6. PROCEDIMIENTOS GENERALES DE COMPRAS

6.1. JEFATURA DE COMPRAS.
6.1.1. OBJETIVOS Cambiar objetivos a Tener procedimientos para la selección y adquisición de servicios y suministros que utiliza y que afecten la calidad de los ensayos(4.6.1 y 4.6.2 ntc 17025)
6.1.2. COMPRAS TOTALES.
6.1.3. SELECCIÓN, APROBACIÓN Y EVALUACIÓN DE SUBCONTRATISTAS.
6.1.4. REVISIÓN DEL CONTRATO ENTIDAD SUBCONTRATISTA.

Funciones: Adecuar a la realidad del laboratorio

Como nota general los manuales además de ajustarse a la norma 17025 deben ser adecuados con la realidad del laboratorio es decir hacer un sistema de calidad

aprovechando las herramientas que se tiene actualmente.

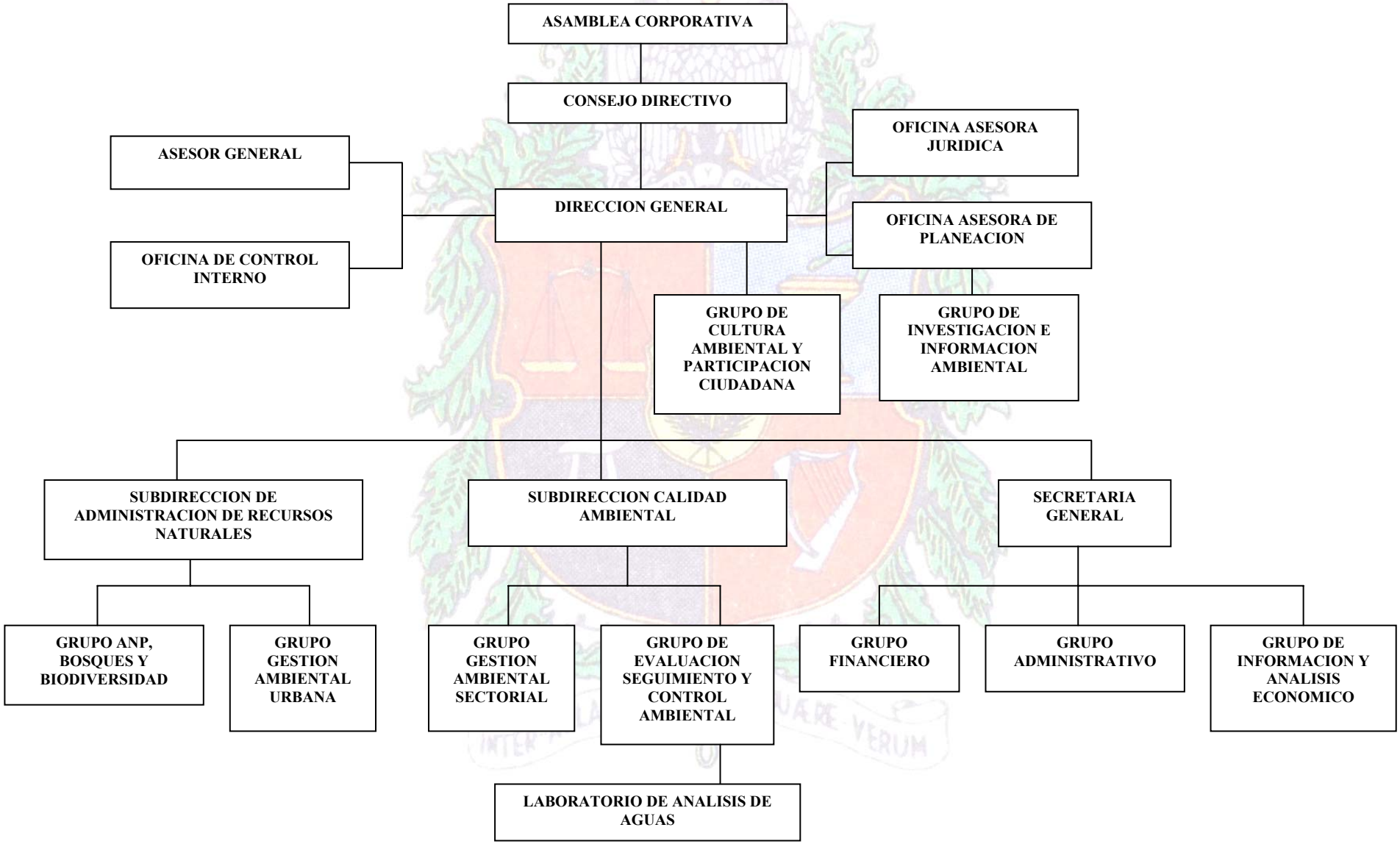
Fecha	22 de Agosto de 2002						
Estado Físico	E	EPI	SF	ED	EA	EF	**Observaciones**
Almacenamiento de reactivos	X	x	x	X	x	x	Se sugiere: modificar el almacenamiento de material de vidrio con un nylon en la parte delantera de los estantes; asegurar los estantes
Almacenamiento de material volumétrico	X		x				Se sugiere tener lista de ubicación
Cuarto de balanzas							En proceso de instalación
Caseta de gases	X		x	x	x	X	
Zona instrumental especial	X	x	x	x	x	X	
Cuarto para planta eléctrica							No hay planta eléctrica
Zona para desechos de laboratorio							Implementar
Sistemas de seguridad							
Sistemas de detección y alarmas contra incendio							
Ducha de emergencia	X	x	x	x	x	X	
Lavaojos	X	x	x	x	x	X	
Extintores	X	x	x	x	x	X	
Avisos de advertencia	X	x	x	x	x	X	
Protectores solares en las ventanas							No aplica por la ubicación del laboratorio
Tomas eléctricas con voltaje marcado	X	x	x	x	x	x	Faltan algunos
Sillas ergonómicas para los analistas	X					x	
Control Ambiental							
Manejo diferenciado de efluentes domésticos e industriales	X		x			X	
Control de emisiones atmosféricas							
Sistemas de tratamiento de efluentes domésticos e							

industriales							
Sistema de disposición de residuos sólidos							
Estado operativo							
Nivel de supervisión							No se tiene jefe de laboratorio
Capacitación del personal en calidad	X						No se han vuelto a realizar capacitaciones, por falta de un plan de capacitación especializado.
Cantidad de personal	3						
Dependencias de apoyo							
Dependencia de calidad							
Estado administrativo							
Jefe de Laboratorio							

E: Existe
EPI: Esta plenamente identificado
SF: Son funcionales
ED: Esta delimitado
EA: Espacio adecuado
EF: Está funcionando

ANEXO E

ANEXO E
CORPORACIÓN AUTÓNOMA REGIONAL DE RISARALDA - CARDER
ESTRUCTURA ORGANICA



ANEXO F

ITEM	DESCRIPCION	No.
1	Bomba de vacio	1
2	Agitador magnetico	1
3	Baño maria	1
4	Manta de calentaminto	7
5	Colorimetro	1
6	Centrifuga	1
7	Nevera	1
8	Incubadora DB65	1
9	Baño maria	1
10	Estufa	1
11	Destilador automático para nitrogeno	1
12	Reactor DQO micro	1
13	Turbidimetro	1
14	Cabina extractora de gases	1
15	Cabina extractora de gases	2
16	Baño maria	1
17	Manta de calentamiento	4
18	Plato de calentamiento y agitación	1
19	Bureta pistón	1
20	Conductimetro	1
21	Plato de calentamiento y agitación	1
22	Oximetro	1
23	Licuadora	1
24	Bureta pistón	1
25	Manta de calentamiento	7
26	Estufa	1
27	Mufla	1
28	Nevera	1
29	Congelador	1
30	Balanzas electrónicas	3
31	Espectrofotómetro agilent	1
32	Cromatógrafo de gases	1
33	Espectrofotómetro de absorción atómica	1
34	Agitador magnetico	1
35	Analizador de iones	1
36	Timer	1
37	Estufa heraeus	1
38	Incubadora	1
39	Destilador de agua	1
40	Autoclave para medios	3
41	Ultrasonido	1
42	Estufa para secado de material	1
43	Baño de maria con agitación	2
44	Microscopio	1
45	Incubadora heraeus	1
46	Nevera	1
47	Equipo de computación	1
48	Compresor de aire	1

LABORATORIO DE AGUAS-CARDER-

Contiene: Ubicación mesas y equipos de trabajo

Digitalización y Edición: CARDER

Fuente: T.R.Ingeniería

Escala: 1: 50

ANEXO G

TABLA DE CONTENIDO

POLITICA	2
OBJETIVOS	2
ALCANCE	3
RESPONSABILIDADES	3
DEFINICIONES	3
PROCEDIMIENTOS	4

1.POLITICA

Es política del Laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder realizar las actividades necesarias que permitan que los resultados de un programa de muestreo y medición sean confiables. Para ello el Laboratorio cuenta con un programa de control de Calidad analítica (PCCA) descrito en el Manual de Control de Calidad de Laboratorio, donde se explican la ejecución de buenas practicas de laboratorio y de cuidados que deben considerarse en las mediciones de campo.

En el PCCA se presta atención a las técnicas de muestreo y preservación, servicios de laboratorio, calibración, operación y mantenimientos de equipos e instrumentos, material de vidrio, calidad de los reactivos y productos químicos, manejo de datos, entrega de información oportuna y requerimientos del personal de laboratorio.

"Control de calidad" se refiere a la aplicación rutinaria de procedimientos estadísticos basados en datos obtenidos en el laboratorio que permiten evaluar la precisión de los resultados analíticos, a fin de establecer la calidad de las mediciones, identificar y controlar las fuentes de error en casos necesarios.

2.OBJETIVOS

- Establecer lineamientos para el control de calidad analítica
- Definir las responsabilidades en el laboratorio de estos procedimientos

3.ALCANCE

Este manual cubre el control de calidad de las pruebas de DBO, DQO, SST, pH y Conductividad.

4.DEFINICIONES

Garantía de calidad: se refiere a las actividades necesarias que permiten que los resultados de un programa de muestreo y medición sean confiables.

Control de calidad: se refiere a la aplicación rutinaria de procedimientos estadísticos basados en datos obtenidos en el laboratorio que permiten evaluar la precisión de los resultados analíticos, a fin de establecer la calidad de las mediciones, identificar y controlar las fuentes de error en casos necesarios.

Validación: Proceso en el cual, por medio de análisis estadísticos, se demuestra que un método es confiable.

Cartas de control: Después que las pruebas preliminares han dado como resultado una precisión y un error sistemático satisfactorio, se verifica en forma rutinaria que siempre se está cumpliendo con las metas trazadas, elaborando cartas de control

5.RESPONSABILIDADES

5.1 Jefe de Laboratorio

Es responsable de implantar y vigilar el manual de control de calidad

5.2. Responsables de Area

Son responsables los analistas encargados de cada prueba de llevar registros que evidencien los procedimientos del control de calidad.

6.PROCEDIMIENTO

En este manual se encuentran todos los procedimientos referidos al control de calidad que se llevan a cabo en el laboratorio de Análisis de Aguas:

LACP001: SELECCIÓN DE MÉTODOS ANALITICOS
LACP002: PROCEDIMIENTO PARA VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS
LACP003: PROCEDIMIENTO PARA ELABORACIÓN DE CARTAS DE CONTROL
LACP004: PROTOCOLO DE USO DEL CUADERNO
LACP005: CALIBRACIONES
LACP006: EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS
LACP007: CONTROL AMBIENTAL

ANEXO H

CONTENIDO

1. POLITICA DE CALIDAD 0
1.1 OBJETIVOS Y ALCANCE DEL MANUAL DE LA CALIDAD 0
1.1.1 OBJETIVOS.....0
1.2. POLITICA GERENCIAL 0
1.3. POLITICA DEL LABORATORIO.....0
_____.....0
1.4 ALCANCE.....0
1.5 CÓDIGOS Y NORMAS NACIONALES Y/O INTERNACIONALES.....0
1.6 ABREVIATURAS Y DEFINICIONES.....0
1.6.1 ABREVIATURAS.....0
1.6.2 DEFINICIONES.....0
1.7 REFERENCIAS 0
1.7.1 ANTECEDENTES.....0
1.7.2 DOCUMENTOS 0
2. REQUISITOS DEL SISTEMA DE LA CALIDAD.....0
2.1. JERARQUÍA DE LA DOCUMENTACIÓN.....0
2.2 SISTEMA DE CALIDAD 0
2.2.1. MANUAL DE CALIDAD.....0
2.2.2. MANUAL DE PROCEDIMIENTOS 0
2.2.3 MANUAL DE PROCEDIMIENTOS GENERALES DEL SISTEMA DE CALIDAD.....0
2.3 ORGANIZACION Y GESTION.....0
2.3.1 IDENTIFICACIÓN DEL LABORATORIO DE ANÁLISIS DE AGUAS DE LA CARDER.....0
2.3.2 ORGANIZACIÓN DEL LABORATORIO 0
2.3.3. FUNCIONES DEL PERSONAL DEL LABORATORIO Y DE CAMPO.....0
2.3.4 ESTRUCTURA DE LA CORPORACIÓN AUTÓNOMA REGIONAL DE RISARALDA CARDER.....0
2.4 CONTROL DE LA DOCUMENTACION Y LA INFORMACION.....0
2.4.1POLITICA 0

ELABORADO :	*Martha Isabel López Ruiz*	**FECHA:**	*30/06/02*
REVISADO:		**FECHA:**	
AUTORIZADO:		**FECHA:**	

2.4.2 APROBACION Y EDICION DE DOCUMENTOS Y DATOS 0
2.4.3 CAMBIO DE DOCUMENTOS Y DATOS 0
2.4.4 DIFUSIÓN 0
2.5 REVISION DE SOLICITUDES, OFERTAS Y CONTRATOS 0
2.5.1. POLITICA 0
2.6 COMPRA DE SERVICIOS Y SUMINISTROS 0
2.6.1. POLITICA 0
2.6.2 EVALUACIÓN DE PROVEEDORES 0
2.6.3 SELECCIÓN DE PROVEEDORES 0
2.6.4 PROCEDIMIENTOS DE ENTRADAS Y PEDIDOS 0
2.6.5 DEVOLUCIONES Y REPARACIONES 0
2.6.6 REVISIÓN DEL CONTRATO CON ENTIDAD PROVEEDOR 0
2.7 SERVICIOS AL CLIENTE Y RETORNO DE LA INFORMACION AL CLIENTE 0
2.7.1POLITICA 0
2.7.2. RECLAMOS 0
2.8 CONTROL DE NO CONFORMIDADES EN LOS ENSAYOS 0
2.8 CONTROL DE NO CONFORMIDADES EN LOS ENSAYOS 0
2.8.1. POLITICA 0
2.9 ACCIONES CORRECTIVAS Y PREVENTIVAS 0
2.9.1. POLITICA 0
2.9.1 ACCION CORRECTIVA 0
2.9.2 ACCION PREVENTIVA 0
2.10 REGISTROS 0
2.11 AUDITORIAS INTERNAS DE CALIDAD 0
2.12 REVISION POR LA DIRECCION 0
2.12.1POLITICA 0
3. REQUISITOS TECNICOS 0
3.1. POLITICA 0
3.2 PERSONAL 0
3.2.1. POLITICA 0
3.3 LOCALES Y CONDICIONES AMBIENTALES 0
3.3.1POLITICA 0
3.4 METODOS DE ENSAYO Y CALIBRACION Y VALIDACION 0
3.4 METODOS DE ENSAYO Y CALIBRACION Y VALIDACION 0
3.4.1POLITICA 0
3.4.2 SELECCION DE LOS ANALISIS O ENSAYOS A REALIZAR 0
3.4.3 METODOLOGIA PARA LA EJECUCION DE ENSAYOS 0
3.4.3 METODOLOGIA PARA LA PREPARACION DE MUESTRAS 0
3.5 EQUIPOS 0
3.5.1POLITICA 0
3.6 TRAZABLILIDAD DE LAS MEDICIONES 0
3.6.1. POLITICA 0

3.6.2. DEFINICIONES.....0
3.7 MUESTREO Y MANEJO DE MUESTRAS.....0
3.7.1. POLITICA.....0
3.8 MANEJO DE ELEMENTOS DE ENSAYO.....0
3.8.1.POLITICA.....0
3.9 ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS.....0
3.9.1. POLITICA.....0
3.10 INFORME DE RESULTADOS.....0
3.10.1POLITICA.....0

1. POLITICA DE CALIDAD

1.1 OBJETIVOS Y ALCANCE DEL MANUAL DE LA CALIDAD

1.1.1 OBJETIVOS

- Este Manual de Calidad tiene el propósito de suministrar una guía para la toma de decisiones y la actuación diaria de todos los miembros involucrados con las actividades del Laboratorio, además de las bases necesarias para el manejo adecuado de la calidad en el mismo, para brindar una mayor satisfacción a los usuarios y lograr un óptimo desarrollo organizacional.
- Recopilar la información necesaria para el desarrollo de la función de calidad.
- Establecer políticas, objetivos y metas, generales y específicas, relacionados con la calidad.
- Definir procedimientos internos y externos que regulen la calidad del Laboratorio.
- Servir como medio de difusión y capacitación para el personal relacionado con la función de calidad.
- Controlar y evaluar los objetivos y metas.

1.1.2. IMPLEMENTACION

Para lograr la implementación del Sistema de Aseguramiento de la Calidad en el Laboratorio, se desarrollarán los siguientes pasos:

1. Capacitar y actualizar constantemente a todo el personal del Laboratorio, en la implementación de las nuevas técnicas para lograr un nivel de conocimientos que facilite el proceso hacia el Aseguramiento de la Calidad.
2. Promover frecuentemente la creación de una cultura interna que permita comprender que el usuario está ubicado al final del proceso y dentro del concepto de Aseguramiento de la Calidad.
3. Capacitar al personal en el uso de las herramientas básicas estadísticas, para evaluar Calidad y Productividad.

4. Disminuir al máximo, para todos los análisis y ensayos, los posibles desperdicios de materiales.
5. Crear el Comité de Calidad, como responsable de la gestión de Calidad.

1.2. POLITICA GERENCIAL

La CARDER espera hacer de su Laboratorio de Análisis de Aguas, una dependencia que se destaque por su idoneidad, calidad y credibilidad.

La Corporación trabajará con materiales y talentos humanos de inmejorable calidad, contribuyendo a la implantación del Programa de Aseguramiento de la Calidad.

El Programa de Aseguramiento de la Calidad, pretende hacer las cosas bien desde el principio, además de que se debe continuar creciendo y mejorando permanentemente, buscando la mayor satisfacción del usuario, atendiendo en todo momento las expectativas, tanto del cliente interno como externo.

Toda la Corporación debe enfrentar el gran reto de que el Aseguramiento de la Calidad; es el compromiso. Con el aporte, colaboración y confianza de todas las dependencias relacionadas con el Laboratorio, se garantiza el Aseguramiento de Calidad a todos los clientes.

Para que todo el personal esté involucrado en este mejoramiento, la Dirección de la **CARDER** cuidará de que se desarrollen todas las actividades necesarias orientadas a la sensibilización y concientización hacia al logro del Aseguramiento de la Calidad, tales como: educación, capacitación y entrenamiento del personal en forma planeada, y con acceso a nuevas tecnologías en todas las áreas que lo requieran.

De acuerdo con lo anterior, la Dirección General de la Corporación, se compromete con esta política y con el Proceso de Acreditación, conciente de los beneficios que conlleva para la entidad y sus usuarios.

_____

ALBERTO DE JESUS ARIAS DAVILA

DIRECTOR GENERAL

1.3. POLITICA DEL LABORATORIO

Para Asegurar la Calidad, se hace necesario buscar el desarrollo integral del Laboratorio, optimizando el trabajo de sus talentos humanos y de sus recursos físicos y económicos, empleando tecnologías apropiadas. En este sentido, el Laboratorio considera importante orientar su gestión de Aseguramiento de la Calidad, bajo las siguientes políticas:

1. Destacarse por su idoneidad, calidad y credibilidad.
2. Mantener y optimizar la Calidad: es responsabilidad del personal del Laboratorio y los miembros de la Entidad involucrados en la gestión, con el respaldo total de la Dirección.
3. El factor más importante para el Laboratorio, son los usuarios internos y externos, ambos son su razón de ser y por lo tanto todos los esfuerzos estarán orientados a satisfacer sus necesidades, ofreciendo los servicios con excelente calidad.
4. El Proceso de Aseguramiento de la Calidad será sistemáticamente evaluado y auditado por el Jefe del Laboratorio, en segunda instancia, por el grupo de auditores internos definidos por el Comité de Calidad y llegado el caso por autoridades externas. Los resultados de esta evaluación, serán comunicados al laboratorio para establecer los correctivos necesarios.
5. El mejoramiento de la Calidad será efectuado de una manera planificada, continuada y sistemática, paso a paso, a través de todo el Laboratorio y con una mentalidad de trabajo en equipo.

_____

JEFE DEL LABORATORIO

1.4 ALCANCE

Los análisis que se pretenden Acreditar ante el IDEAM son los siguientes:

pH, conductividad, sólidos suspendidos totales, DBO, DQO., contemplados en el Standard Methods 19th para análisis de aguas. Estos cinco análisis son los que están relacionados con el cobro de las tasas retributivas (Decreto 901/97).

El Manual de Calidad describe el Proceso de Aseguramiento de la Calidad con base en la norma ISO 17025 (Requisitos Generales de Competencia de Laboratorios de Ensayo y Calibración)

Así mismo, presenta sus actividades, organización y las principales funciones asumidas por los responsables de cada área.

1.5 CÓDIGOS Y NORMAS NACIONALES Y/O INTERNACIONALES

Normas nacionales tenidas en cuenta:

NTC-ISO-IEC 17025

NTC - ISO - 3113

NTC - ISO - 5667 - 13 Guía para el muestreo de lodos de aguas residuales y plantas de tratamiento de aguas.

NTC - ISO - 5667 - 3 Recomendaciones para la conservación y manejo de las muestras.

NTC - ISO - 5667 - 10 Muestreo de aguas residuales.

Normas internacionales tenidas en cuenta:

1. ISO/IEC, Guías 2,25,38,43,45.
2. Norma Europea, EN 45001 Criterios generales para el funcionamiento de los laboratorios de Ensayo.
3. Norma Europea, EN 45002. Criterios generales para la evaluación de los Laboratorios de Ensayo.
4. ISO 10012-1 Requisitos de aseguramiento de la calidad para Equipos de Medición.
5. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 19 ed., New York, 1995.
6. Normas ISO 9000.

1.6 ABREVIATURAS Y DEFINICIONES

1.6.1 ABREVIATURAS

Las abreviaturas más utilizadas en el sistema de aseguramiento de la calidad, son los códigos con los que se identifican los documentos. Para una mayor comprensión de éstos ver la norma cero de los Procedimientos Generales del Sistema de Calidad (ver GCP001).

1.6.2 DEFINICIONES

Para una buena comprensión del presente manual, se pueden consultar las definiciones de la Norma Técnica Colombiana NTC - ISO 8402, y adicionalmente las siguientes:

- **Organización**: Una compañía, corporación, firma, empresa o institución, o parte de las mismas, constituidas como sociedad o no, públicas o privadas, que tiene sus propias funciones y su propia administración.
- **Proveedor**: Organización que suministra un producto o un servicio a un cliente.
- **Contratista**: Proveedor de la organización de servicio, bajo una situación contractual.
- **Cliente**: Receptor de un producto o servicio suministrado por el proveedor.

Nota. Un cliente puede ser, por ejemplo, el último usuario, el consumidor, el beneficiario, o el comprador. Al cliente algunas veces se le menciona como segunda parte del negocio. Un cliente puede ser una unidad dentro de la organización de servicio.

- **Servicio**: los resultados generados por las actividades en la interrelación entre el proveedor y el cliente, y por las actividades del proveedor, para satisfacer las necesidades del cliente.

Nota. El proveedor o el cliente pueden estar representados en la interrelación por personal o equipos.

Las actividades del cliente en la interrelación con el proveedor pueden ser esenciales en la prestación del servicio.

El suministro o uso de productos tangibles puede formar parte de la prestación del servicio.

Un servicio puede estar ligado con la manufactura y el suministro de un producto tangible.

- **Prestación del servicio**: aquellas actividades necesarias para el suministro de un servicio.
- **Calidad**: La totalidad o características de una entidad, producto o servicio que le otorgan su aptitud para satisfacer necesidades explícitas o implícitas (NTC-ISO 8402).
- **Política de calidad**: Las directrices y los objetivos generales de una organización con respecto a la calidad, expresados formalmente por la alta gerencia (NTC-ISO 8402).
- **Gestión de calidad**: todas las actividades coordinadas para dirigir y controlar una organización en lo relativo a la Calidad cuyo objetivo es el Aseguramiento de la Calidad y opera a través del Sistema de Calidad (ISO 9000)
- **Sistema de calidad**: La estructura organizacional, los procedimientos, los procesos y los recursos necesarios para implementar la Gestión de Calidad.

1.7 REFERENCIAS

1.7.1 ANTECEDENTES

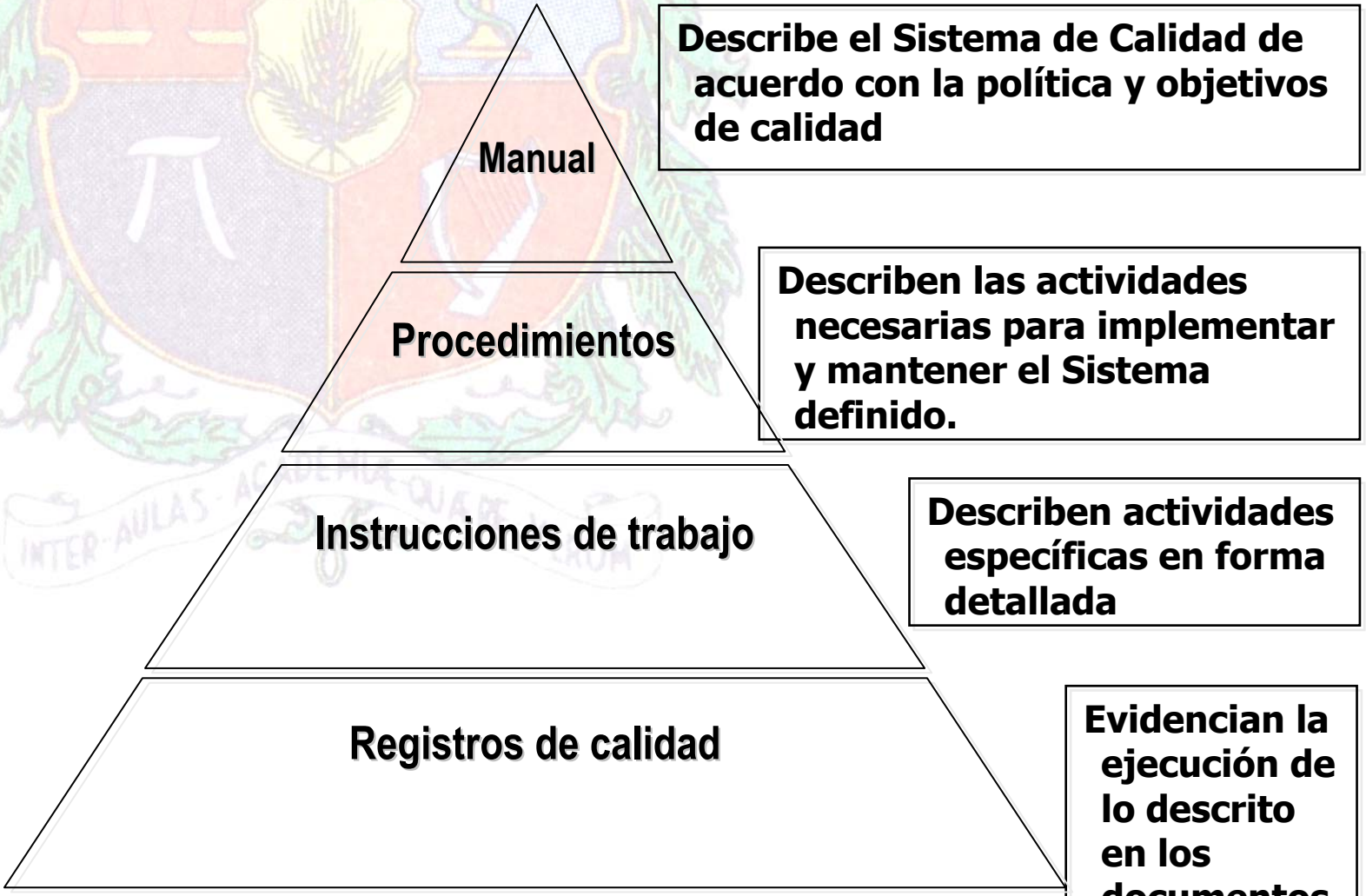
Para la realización de este Manual de Calidad se contó con una versión anterior de éste, elaborada en el año 1999 por el ing. Químico Néstor Rivera

1.7.2 DOCUMENTOS

Los documentos con que se cuenta en esta sección para mostrar el Aseguramiento de la Calidad del Laboratorio son: la Norma ISO 17025 y la Lista de Chequeo de Laboratorios Ambientales diligenciada por el Químico Guillermo Cortés del IDEAM.

2. REQUISITOS DEL SISTEMA DE LA CALIDAD

2.1. JERARQUÍA DE LA DOCUMENTACIÓN



2.2 SISTEMA DE CALIDAD

En el Laboratorio se ha establecido un Sistema de Calidad con base en los lineamientos establecidos por la norma ISO 17025, que se fundamenta en procedimientos escritos para que sean desarrollados de manera precisa y objetiva que permitan asegurar la conformidad de las pruebas y ensayos, con los requisitos especificados en las Normas Técnicas Colombianas.

Este sistema de calidad está soportado documentalmente en un Manual de Calidad, Manuales de Procedimientos y en los Registros, que nos permiten evidenciar resultados obtenidos en las diferentes actividades realizadas y el cumplimiento de los objetivos propuestos.

2.2.1. MANUAL DE CALIDAD

El Manual de Calidad es el documento que establece los lineamientos generales del Sistema de Calidad, la política, los objetivos a alcanzar y hace referencia a los procedimientos a emplear para poder alcanzar los respectivos objetivos.

2.2.2. MANUAL DE PROCEDIMIENTOS

Los Manuales de Procedimientos son documentos escritos donde se recopilan todos los procedimientos, responsabilidades y funciones a realizar en cada una de las direcciones que forman parte del Sistema de Calidad.

2.2.3 MANUAL DE PROCEDIMIENTOS GENERALES DEL SISTEMA DE CALIDAD

Es la recopilación de los procedimientos generales del Sistema de Calidad, que son aquellos que establecen la forma de controlar y verificar todo el Sistema de Calidad.

2.3 ORGANIZACION Y GESTION

2.3.1 IDENTIFICACIÓN DEL LABORATORIO DE ANÁLISIS DE AGUAS DE LA CARDER

Razón social: Laboratorio de Análisis de Aguas de la Corporación Autónoma Regional del Risaralda - CARDER-

Representante legal: Alberto de Jesús Arias Dávila.

Dirección oficina: Calle 24 N 7-29, pisos 5 y 6

Teléfono: 3354152 - 3343442

Dirección del Laboratorio: Carrera 12 # 16E-132 Vía a la Florida

Teléfono Laboratorio: 3314459

Fecha de Fundación: Enero de 1987

2.3.2 ORGANIZACIÓN DEL LABORATORIO

Personal que lo conforma: 6 Personas

Jefe del Laboratorio	Uno
Profesional en bacteriología:	Uno
Tecnólogas Químicas	Dos
Total Operativos:	Cuatro
Otros:	Un vigilante y una auxiliar de servicios generales

2.3.2.1.Áreas que componen el Laboratorio:

Está dividido en áreas de trabajo, para minimizar los riesgos de contaminación de las muestras, así:

- Oficinas
- Area de Instrumental
- Análisis fisicoquímicos
- Análisis bacteriológicos
- Area de gases especiales
- Almacén de reactivos y vidriería

- Bodega para materiales y equipo de campo
- Servicios sanitarios
- Cocineta

El Laboratorio de análisis de aguas se encuentra sobre un lote de 2000 m² y tiene un área construida de 400 m² .

2.3.2.2. Equipos utilizados en el Laboratorio:

Ver LAN001

2.3.3. FUNCIONES DEL PERSONAL DEL LABORATORIO Y DE CAMPO

Las funciones, responsabilidades y autoridad del personal del Laboratorio de análisis de aguas y de campo de la CARDER se encuentran en el Manual de procedimientos para Recursos Humanos.

2.3.4 ESTRUCTURA DE LA CORPORACIÓN AUTÓNOMA REGIONAL DE RISARALDA CARDER

2.4 CONTROL DE LA DOCUMENTACION Y LA INFORMACION

2.4.1POLITICA

Es política del laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder establecer y mantener todos los documentos que hacen parte de su sistema de calidad.
Para este fin todo el sistema documental es elaborado según especificaciones en la Norma Cero (Ver GCP001) que es la norma que contiene la forma como se elaboran y controlan los documentos(GCP002) en el laboratorio de la Carder

2.4.2 APROBACION Y EDICION DE DOCUMENTOS Y DATOS

La documentación es el soporte del Sistema de Calidad. En el Laboratorio de análisis de aguas de la CARDER un listado de documentos controlados es mantenido por el jefe del laboratorio para identificar el documento vigente y evitar que se utilicen aquellos obsoletos (ver GCP002F2).
Todos los documentos del Sistema de Calidad están disponibles en los lugares donde se realizan las actividades correspondientes, tienen que estar actualizados y debidamente controlados, siendo esto responsabilidad de los jefes de áreas.
Cuando sea emitida una nueva edición de un documento, inmediatamente el documento anterior es un documento obsoleto; éste se identifica con un sello de color rojo con la leyenda “OBSOLETO”, se mantiene en un lugar separado de los documentos vigentes, en caso que se requiera ser archivado por alguna de la áreas que forman parte del Sistema de Calidad.

2.4.3 CAMBIO DE DOCUMENTOS Y DATOS

Todos los documentos obsoletos son reemplazados por el nuevo documento editado, tanto física como electrónicamente y los jefes de cada área son los responsables por la

edición e implantación de los documentos que se originen en su área, además los documentos son autorizados por la misma área que inicialmente aprobó.

Si los documentos se encuentran en el disco duro y/o disquete, debe existir un seguro para que no se originen cambios en ellos por personal no autorizado.

Si existe un cambio en un documento, la razón del cambio o modificación debe quedar consignada en el formato GCP002F3 (registro de cambios).

Es responsabilidad de la Dirección de Calidad velar por que se le de a conocer a la entidad la actualización de la norma 17025 e incorporarla al Sistema de Calidad.

2.4.4 DIFUSIÓN

A continuación se presenta una lista de destinatarios:

Original: Dirección General

Copia 1: Comité de Calidad

Copia 2: Centro de Documentación

Copia 3 Laboratorio de Análisis de Aguas

Copia 4 Grupo de Evaluación, Seguimiento y Control Ambiental

2.5 REVISION DE SOLICITUDES, OFERTAS Y CONTRATOS

2.5.1. POLITICA

El laboratorio establece y mantiene procedimientos para la revisión de solicitudes, ofertas y contratos y aseguran que:

a) Los métodos utilizados en el laboratorio corresponden a la norma estándar institucional y están debidamente validados.
b) El laboratorio tiene la capacidad para cumplir los requisitos
c) Se hace un contrato con el cliente donde se especifica el método de ensayo y se asegura el cumplimiento de los requerimientos del contratante en el marco de la capacidad del laboratorio

Las solicitudes y contratos con el cliente siguen el procedimiento establecido para tal fin que se encuentra en el manual de procedimientos generales de laboratorio.

Responsabilidad: Jefe del laboratorio

2.6 COMPRA DE SERVICIOS Y SUMINISTROS

2.6.1. POLITICA

LA CARDER tiene como política garantizar que los suministros y reactivos comprados y los materiales consumibles que afectan la calidad de los ensayos no se utilicen hasta que hayan sido inspeccionados o de otra manera verificado su cumplimiento con las especificaciones normalizadas o requisitos definidos en los métodos para los ensayos correspondientes.

El almacenamiento de los reactivos e insumos se hará según las especificaciones necesarias para garantizar la calidad en los resultados. Ver procedimientos Generales de Laboratorio

Los documentos de compra para elementos que afectan la calidad de los resultados del laboratorio contienen datos que describen los servicios y suministros solicitados.

El laboratorio evalúa sus proveedores de consumibles, suministros y servicios críticos que afectan la calidad del ensayo. Se mantiene registro de estas evaluaciones, además de una lista de proveedores aprobados.

Responsabilidad:
Jefe de laboratorio
Jefe de compras

2.6.2 EVALUACIÓN DE PROVEEDORES

Verificar si los proveedores tienen la capacidad de entrega de acuerdo con los requerimientos del Laboratorio, para poder asegurar el cumplimiento del plan de trabajo y la óptima prestación del servicio, además controlar que la calidad de los productos sea la mejor posible, para garantizarle al cliente la veracidad de los resultados de las pruebas y ensayos (ver DACP002).

2.6.3 SELECCIÓN DE PROVEEDORES

El proveedor debe demostrar la capacidad de suministrar los productos que cumplan con todos los requisitos y especificaciones contenidas en la orden de compra (ver DACP002).

El procedimiento para realizar esta evaluación se encuentra en el Manual de Compras

2.6.4 PROCEDIMIENTOS DE ENTRADAS Y PEDIDOS

Una buena compra se basa en una clara definición de los requisitos, que deben estar contenidos en un contrato de especificaciones, planos y órdenes de compra suministrados al proveedor, lo más importante es asegurarse de que éste entienda claramente lo requerido.

Los documentos de compras contienen datos que describen el producto o servicio deseado. Esta descripción debe contener:

- Tipo, clase, referencia, grado, modelo o cualquier otro tipo de identificación precisa del producto.

- El título o cualquier otra identificación en relación con las especificaciones aplicables, dibujos, requisitos de proceso.
- El título, número y edición de la norma que define los requisitos de calidad aplicables al producto.

Los documentos de compra deben ser revisados para verificar la exactitud de lo solicitado, antes de enviarlo al proveedor (VER DACP001)

2.6.5 DEVOLUCIONES Y REPARACIONES

Al establecer un acuerdo con el proveedor sobre su responsabilidad por la calidad que éste suministra, se le debe comunicar que si no cumple con los requisitos pactados se debe efectuar una devolución ya sea por otro producto o por el costo del material que resultó defectuoso.

Uno de los aspectos más importantes en este punto, es la disposición de canales de comunicación con los proveedores sobre todos los factores que afectan la calidad.

2.6.6 REVISIÓN DEL CONTRATO CON ENTIDAD PROVEEDOR

Todo contrato que efectúe el Laboratorio de análisis de aguas de la CARDER debe seguir el procedimiento establecido para tal fin

Para una mejor comprensión de dicho procedimiento, la CARDER cuenta con un Manual de Procedimientos para compras (ver DACMP).

2.7 SERVICIOS AL CLIENTE Y RETORNO DE LA INFORMACION AL CLIENTE

2.7.1POLITICA

Aumentar la satisfacción del cliente es el principal promotor para gestionar el Aseguramiento de la Calidad. La Acreditación del laboratorio permite cumplir este objetivo.

El Laboratorio de análisis de aguas de la CARDER, cuenta con un procedimiento para la utilización de sus servicios (ver LAP012). Este procedimiento describe la forma cómo los clientes acceden a los servicios del Laboratorio, cómo se entregan los resultados obtenidos y cómo se procede en caso de existir algún reclamo.

Responsabilidad

Jefe de laboratorio

2.7.2. RECLAMOS

2.7.2.1. POLITICA

Es política del laboratorio atender las quejas y reclamos que puedan presentarse y proporcionar su rápida solución.

Responsabilidad:

Jefe de Laboratorio

2.8 CONTROL DE NO CONFORMIDADES EN LOS ENSAYOS

2.8.1. POLITICA

El Laboratorio comprometido con el aseguramiento de la calidad y mejoramiento continuo posee mecanismos para detectar trabajos no conformes y así corregirlos en el menor tiempo posible.

El jefe de laboratorio se responsabiliza por cualquier situación que genere una no conformidad ante los clientes, y éste a su vez iniciará la investigación y ejecución de la acción correctiva. El procedimiento para el control de trabajos de ensayos no conformes se describe en el manual de procedimientos generales de laboratorio

Además se tiene un procedimiento para recibir reclamos (ver LAP012) y el procedimiento LAP001, que ha incluido las responsabilidades y el manejo que se debe dar al recibo, tratamiento, investigación y respuesta adecuada a las quejas de los clientes.

2.9 ACCIONES CORRECTIVAS Y PREVENTIVAS

2.9.1. POLITICA

El laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder posee procedimientos escritos para aplicar acciones correctivas cuando se ha identificado trabajo no conforme o desviaciones de las políticas y procedimientos en el sistema de calidad o las operaciones técnicas.

El jefe del laboratorio y director de calidad es el autorizado para la gestión del trabajo no conforme y definir y ejecutar acciones para su control así como el responsable de autorizar la reanudación del trabajo si se ha llegado al punto de verse interrumpido.

En el Laboratorio de análisis de aguas de la CARDER se tienen procedimientos escritos para aplicar acciones correctivas y preventivas con los clientes y el sistema de calidad.

2.9.1 ACCION CORRECTIVA

El laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder posee procedimientos escritos para aplicar acciones correctivas cuando se ha identificado trabajo no conforme o desviaciones de las políticas y procedimientos en el sistema de calidad o las operaciones técnicas.

El jefe de laboratorio y director de Calidad es el autorizado para la gestión del trabajo no conforme y define y ejecuta acciones para su control así como es el responsable de autorizar la reanudación del trabajo si se ha llegado al punto de verse interrumpido.

El procedimiento GCP004, tiene que ver con la investigación de no conformidades detectadas en el sistema de calidad, los responsables de la investigación, las acciones correctivas que se deben tomar y los controles a establecer para medir la eficacia de esas acciones correctivas.

2.10 REGISTROS

Los registros de calidad se identifican, se agrupan, se archivan y se mantienen de acuerdo con el procedimiento de control de registros establecido para cada una de las áreas que conforman el Sistema de Calidad. Para control de registros de las Normas generales del Sistema de Calidad ver GCP006.

Los jefes de área son responsables de manejar sus registros de calidad y éstos deben ser de fácil acceso y mantenerse actualizados con el fin de poder comprobar en cualquier momento la conformidad de todas las áreas con el Sistema de Calidad. Además se establecen claramente los tiempos de conservación de los registros de calidad.

Cuando se exprese contractualmente, algunos registros de calidad se deben tener a disposición del cliente para su revisión.

2.11 AUDITORIAS INTERNAS DE CALIDAD

El Laboratorio de análisis de aguas de la CARDER cuenta con un procedimiento para realizar la programación de auditorías internas de calidad, que verifican el cumplimiento de las actividades de todas las áreas que forman parte del Sistema de Calidad (ver GCP003).

Las auditorías se programan teniendo presentes los elementos de la norma que aplican para cada área. Es responsabilidad del Jefe de laboratorio, programar y coordinar las auditorías internas de calidad manteniendo los respectivos registros.

Las auditorías internas de calidad se hacen con personas independientes del área auditada, quienes han sido entrenadas para estos eventos; cumpliendo con los requisitos necesarios para ser auditores internos calificados.

Las no conformidades encontradas en las auditorías internas de calidad son reportadas a los jefes responsables de las áreas donde han sido encontradas a fin de que se tomen las acciones correctivas dentro de un tiempo acordado y se efectúe el seguimiento a la implantación de dichas acciones (ver GCP004).

2.12 REVISION POR LA DIRECCION

2.12.1POLITICA

El Laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder comprometido con la calidad de datos expedidos, cuenta con un programa y los procedimientos para realizar en forma periódica una revisión del sistema de calidad del Laboratorio y de las actividades de ensayo y/o calibración para asegurar su continua adaptabilidad y eficacia y para introducir cambios necesarios o mejoras.

La revisión considera:

- La adaptabilidad de las políticas y procedimientos.
- Los reportes del personal de gestión y de supervisión.
- El resultado de auditorías internas recientes.
- Acciones correctivas y preventivas
- Evaluaciones por organismos externos
- Los resultados de comparaciones interlaboratorios o pruebas de aptitud.
- Modificaciones en el volumen y tipo de trabajo.
- Retroalimentación del cliente
- Quejas
- Otros factores pertinentes tales como actividades de control de calidad, recursos y entrenamiento de personal

La revisión se hará por lo menos cada 12 meses y de acuerdo con los procedimientos que se encuentran en el Manual de Procedimientos generales de Laboratorio.

3. REQUISITOS TECNICOS

3.1. POLITICA

El Laboratorio de Análisis de Aguas de la CARDER, cuenta con toda la infraestructura necesaria para realizar los ensayos relacionados con el análisis del agua, de acuerdo con el listado de parámetros que ofrece.

Los requisitos a los cuales hace referencia la norma ISO 17025 son: factores humanos, instalaciones y condiciones ambientales, métodos de ensayo, calibración y validación de métodos, equipos, trazabilidad de la medición, muestreo, manejo de elementos de ensayo; factores que determinan la incorrección y calibración de los ensayos efectuados por el Laboratorio. Estos requisitos poseen su respectiva política y procedimiento, que serán descritos posteriormente en este manual.

Todos los equipos con que cuenta el Laboratorio se listan en el anexo VI.

3.2 PERSONAL

3.2.1. POLITICA

Autoridad y responsabilidad

Se han definido las responsabilidades, autoridad y relaciones entre el personal que dirige, realiza y verifica todos los procedimientos relacionados con la calidad de los materiales, los procedimientos, el resultado final y el servicio al usuario. Lo anterior se ha incluido en el Manual de Funciones, Manual de Procedimientos y Guías de Procedimientos

La CARDER cuenta con procedimientos escritos para detectar necesidades de capacitación y programas para realizar el entrenamiento. La identificación de necesidades de capacitación es responsabilidad de la coordinación del Grupo Administrativo con la participación de todos los Coordinadores de área que hacen parte del Sistema de Calidad (ver DA-RP001).

En la CARDER existen dos (2) procedimientos de capacitación para las áreas que forman parte del Sistema de Calidad: un procedimiento de capacitación interna (ver DA-RP002), uno de capacitación externa (ver DA-RP003) y los registros de capacitación que evidencian que la capacitación programada o requerida se ha impartido (ver DA-RP002F2).

Para el personal del Laboratorio de Análisis de Aguas de la CARDER existe un procedimiento para calificación de desempeño, de acuerdo con los formatos que para tal fin tiene determinados la Función Pública. Dichos documentos se archivan en la coordinación del Grupo Administrativo. (ver DA-RP004).

2.9.2 ACCION PREVENTIVA

En el procedimiento GCP004, se explica cómo hacer uso de la información obtenida del comportamiento del proceso, resultados de auditorias, informes relacionados con quejas de los clientes, concesiones e información de los registros de calidad, para detectar, analizar y eliminar posibles no conformidades dentro del Sistema de Calidad.

Se establecen las responsabilidades, la forma de aplicar las acciones preventivas y el seguimiento y control de ellas.

También se incluye cómo manejar la información obtenida al emprender las acciones preventivas y la responsabilidad de la gerencia de revisar estos documentos y los cambios que se generen en los procedimientos.

3.3 LOCALES Y CONDICIONES AMBIENTALES

3.3.1POLITICA

Las instalaciones del Laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder incluyendo la iluminación y condiciones ambientales, facilitan el correcto desempeño de los ensayos.

Es política del Laboratorio garantizar que las condiciones ambientales no invaliden los resultados o afecten de manera adversa la calidad requerida para cualquier medición.

Para ello, el Laboratorio registra las condiciones ambientales en la forma requerida por las especificaciones de los instrumentos que se utilizan en cada método y de los procedimientos que se siguen en los ensayos.

En el Manual de Procedimientos generales del Laboratorio se documenta todo lo referente al mantenimiento locativo.

El acceso al Laboratorio es restringido y su uso es exclusivo del personal del Laboratorio de análisis de aguas y del personal de muestreo de la CARDER.

En el LAN002 se encuentra una descripción física más detallada del Laboratorio.

3.4 METODOS DE ENSAYO, CALIBRACION Y VALIDACION

3.4.1POLITICA

El Laboratorio cuenta con métodos de ensayo basados en el Standard Methods, Edición 19 con sus respectivas validaciones para las 5 pruebas a acreditar, las cuales se encuentran documentadas.

En el Manual de Procedimientos analíticos de Laboratorio, se encuentra la descripción del método con los resultados de la validación.

Es política de calidad del laboratorio, mantener calibrados los elementos para ensayos.

Se tienen procedimientos apropiados también para el muestreo, manejo, transporte, almacenamientos y preparación de muestras a ser ensayadas.

Los procedimientos para el manejo de las instrucciones sobre el uso y operación de los equipos se mantienen actualizados y están fácilmente disponibles para el personal.

El método utilizado para cada prueba es informado al cliente cuando él lo solicita y en la entrega de resultados.

Es política del laboratorio que cuando ocurra una variación de los métodos de ensayo y calibración, se documente, justifique técnicamente, se autorice y sea aceptada por el cliente. Sólo si esto ocurre se admite una variación, de lo contrario será manejada como no conformidad

3.4.2 SELECCION DE LOS ANALISIS O ENSAYOS A REALIZAR

Para garantizar que los métodos empleados en el laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder se basan en la edición más reciente del Standard Methods, en el presupuesto del Laboratorio, debe incluirse la adquisición de éste cada que su edición sea renovada, así como su lectura y aplicación de cambios o mejoras que en él se incluyan.

Cada que se haga un cambio sustancial del método debe hacerse una validación como se indica en el Manual de Procedimientos Generales de Laboratorio.

3.4.3 METODOLOGIA PARA LA EJECUCION DE ENSAYOS

La metodología para ejecución de los ensayos, se encuentra en los procedimientos de análisis de Laboratorio (ver LAA001 a LAA008) y el procedimiento para el control de los procesos analíticos del Laboratorio.

3.4.3 METODOLOGIA PARA LA PREPARACION DE MUESTRAS

Ver los siguientes procedimientos en el anexo V:

- “IDENTIFICACION Y SEGUIMIENTO DE MUESTRAS PARA PRUEBAS Y ENSAYOS” (ver LAP005).
- “INDICAR EL ESTADO DE LAS MUESTRAS” (ver LAP006).
- “MANEJO Y PRESERVACION DE MUESTRAS, REACTIVOS E INSUMOS” (ver LAP007).

3.5 EQUIPOS

3.5.1POLITICA

El Laboratorio de la CARDER dispone de toda la infraestructura necesaria para la correcta ejecución de los análisis, incluyendo el muestreo, la preparación de las muestras, el procesamiento y análisis de los datos.

El listado de equipos disponibles en el Laboratorio, se establece en el LAN001.

El Laboratorio de Análisis de Aguas de la CARDER, cuenta con un procedimiento para hacerle el mantenimiento a los equipos del Laboratorio (LAP003) y un procedimiento para establecer un control sobre el mantenimiento que se le realiza a cada equipo (ver LAP004).

3.6 TRAZABLILIDAD DE LAS MEDICIONES

3.6.1. POLITICA

La trazabilidad de las mediciones se sigue mediante calibraciones y verificaciones de los equipos utilizando patrones, intercalibraciones con otros laboratorios y materiales de referencia, además en el Manual de Control de Calidad, se encuentran los procedimientos para las calibraciones de los equipos a ser utilizados en cada ensayo.

El Laboratorio de Análisis de Aguas de la CARDER, cuenta con un procedimiento para la identificación y seguimiento de muestras, pruebas y ensayos (ver LAP005) que sirve para garantizar las rastreabilidad de las muestras en el Laboratorio.

El Laboratorio también cuenta con un procedimiento donde establece la forma en la cual se realiza el manejo, almacenamiento y preservación de los reactivos e insumos (ver LAP007).

También se dispone de un listado de reactivos que se tienen en el Laboratorio (ver LAP007F1), donde se incluyen todos los patrones y materiales de referencia que son empleados.

3.6.2. DEFINICIONES

TRAZABILIDAD: Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón, en virtud de la cual ese resultado se puede relacionar con referencias estipuladas, generalmente patrones nacionales o internacionales, a través de una cadena

ininterrumpida de comparaciones que tengan todas incertidumbres determinadas (Rafael Baracaldo)

"Trazabilidad: capacidad de demostrar el resultado de una medición y su incertidumbre en términos de la unidad del SI relevante, o – si esto no es posible – a otra escala de medición internacionalmente acordada".

Responsabilidad: Jefe de laboratorio

3.7 MUESTREO Y MANEJO DE MUESTRAS

3.7.1. POLITICA

El muestreo constituye la base fundamental de un sistema de seguimiento y control del recurso hídrico, ya que a partir de éste se desencadenan los análisis de Laboratorio que son el soporte científico de las decisiones con respecto a la calidad de agua de una corriente.

El sistema de muestreo y medición debe garantizar confiabilidad ante el usuario, sea interno o externo. Para ello, la Carder cuenta con un plan de muestreo y con los procedimientos debidamente documentados.

Los procedimientos para realizar los muestreos se dividen en:

- "TOMA DE MUESTRAS PARA ANALISIS BACTERIOLOGICOS" (ver LAP009)
- "TOMA DE MUESTRAS PARA ANALISIS FISICO - QUIMICOS" (ver LAP010)
- "TOMA DE MUESTRAS PARA ANALISIS DE OXIGENO DISUELTO" (ver LAP011).

Los anteriores procedimientos se encuentran en el MANUAL DE PROCEDIMIENTOS GENERALES DE LABORATORIO. Además, se cuenta con un procedimiento que indica cómo se preservan las muestras dependiendo del análisis a realizar (ver LAA001).

El manejo de muestras es un factor importante en el aseguramiento de la calidad, es por ello que el laboratorio cuenta con procedimientos de cadena de custodia, identificación, pretratamiento, almacenamiento, tiempo de espera, eliminación, que se encuentran descritos en el Manual de Procedimientos Generales de Laboratorio.

Además, es política del laboratorio garantizar la correcta manipulación de las muestras para evitar en lo posible errores que puedan surgir de un mal manejo de este aspecto.

En el informe que se entrega al cliente de los resultados obtenidos se hace constar que las mediciones fueron realizadas por ellos mismos y el Laboratorio no se hace responsable por el muestreo.

Responsabilidades

Son responsables del muestreo y del manejo de las muestras las personas encargadas del muestreo en campo y las personas del laboratorio que en el momento estén registrados en el formato de custodia en el laboratorio.

3.8 MANEJO DE ELEMENTOS DE ENSAYO

3.8.1.POLITICA

Para garantizar la integridad de los elementos de ensayo y para proteger los intereses del laboratorio y el cliente, el Laboratorio posee procedimientos para el transporte, recepción, manejo, protección, almacenamiento, retención y/o disposición del elemento de ensayo.

En el Manual de Control de Calidad también se describe el sistema para identificación de elementos de ensayo, en donde se registran las anomalías o desviaciones de las condiciones normales o especificadas, en la forma descrita en el método de ensayo.

El laboratorio cuenta con procedimientos e instalaciones adecuadas para evitar el deterioro, pérdida o daño del elemento de ensayo durante el almacenamiento, manejo y preparación.

3.9 ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS

3.9.1. POLITICA

Es política del Laboratorio de Análisis de Aguas de la Carder, realizar las actividades necesarias que permitan que los resultados de un programa de muestreo y medición sean confiables. Para ello, el Laboratorio cuenta con un programa de control de Calidad Analítica (PCCA) descrito en el Manual de Control de Calidad de Laboratorio, donde se explica la ejecución de buenas practicas de laboratorio y de cuidados que deben considerarse en las mediciones de campo.

El PCCA presta atención a las técnicas de muestreo y preservación, servicios de laboratorio, calibración, operación y mantenimientos de equipos e instrumentos, material de vidrio, calidad de los reactivos y productos químicos, manejo de datos, entrega de información oportuna y requerimientos del personal de laboratorio.

"Control de calidad" se refiere a la aplicación rutinaria de procedimientos estadísticos basados en datos obtenidos en el laboratorio que permiten evaluar la precisión de los resultados analíticos, a fin de establecer la calidad de las mediciones, identificar y controlar las fuentes de error en casos necesarios.

3.10 INFORME DE RESULTADOS

3.10.1POLITICA

Los informes de resultados dados por el Laboratorio se hacen en los formatos LAP005F3, LAP005F4 y LAP005F5, que corresponden a los reportes de resultados para análisis bacteriológico, para análisis físico - químicos y para muestreos internos de la CARDER, respectivamente.

Los reportes de los análisis se hacen de una manera exacta, clara, inequívoca y objetiva y de conformidad con todas las instrucciones especificas en los métodos de ensayo.

Cualquier información que no sea reportada al cliente se encuentra fácilmente disponible en el laboratorio.

ANEXO I

MUESTREOS PARA LA CALIDAD DEL AGUA

SEGÚN LA EPA Y EL CEPIS

MARTHA ISABEL LÓPEZ RUIZ
TESISTA INGENIERÍA QUÍMICA

CARDER
PRESENTACION 16 DE AGOSTO
2002

1 RESUMEN

El muestreo constituye la base fundamental de un sistema de seguimiento y control del recurso hídrico ya que a partir de este se desencadenan los análisis de laboratorio que son el soporte científico de las decisiones con respecto a la calidad de agua de una corriente.

El sistema de muestreo y medición debe garantizar confiabilidad ante el usuario sea interno o externo.

A continuación se muestra una recopilación de las prácticas para muestreos de calidad de agua que se hacen en la EPA y en el CEPIS. Con las definiciones mas usadas, Lo inherente al plan de muestreo, tipos de muestreos, calidad de datos y mediciones.

2 MUESTREO

El término muestreo es usado en el contexto de la determinación en el campo, de la distribución de una o varios parámetros fisicoquímicos y bacteriológicos en las diversas fases del sistema acuático.

3 MUESTRA REPRESENTATIVA

Una muestra representativa es aquella que refleja exactamente la composición química y las características biológicas y físicas de toda la corriente en el punto de muestreo en un instante

4 PLAN DE MUESTREO

En un plan de muestreo es muy importante definir cuales parámetros físicoquímicos y bacteriológicos deben ser muestreados ahora si el muestreo tiene como objetivo determinar el efecto de una mezcla de sustancias químicas, este se convierte en el problema central para el diseño del plan. Además, la frecuencia de muestreo en el tiempo y espacio es una determinación adicional importante que es necesario realizar.

Antes de iniciar el muestreo, deberá diseñarse un plan de muestreo para responder a los objetivos de un proyecto o programa de calidad del agua. Un plan de muestreo debe incluir elementos específicos acerca de lugares o sitios de muestreo, métodos y técnicas, número de muestras, clases de muestras, incluidas: volumen del agua, filtrada o entera, preservativos y tiempos de retención, número y clases de muestras de

garantía de calidadGC/control de calidad CC, y los objetivos de calidad de datos (OCD) deseados.

5 MONITOREO

Puede ser considerado en tres contextos:

Pruebas de vigilancia para determinar la naturaleza y existencia del problema por medio de la determinación de parámetros físicoquimicos y bacteriológicos en el medio ambiente acuático y si están apareciendo nuevas sustancias químicas en aguas superficiales y biota.
Pruebas de verificación del cumplimientos a las exigencias de un permiso de vertimiento, asignación u otro componente de un programa de control de sustancias.
Pruebas de certificación de calidad para determinar si las técnicas de laboratorio y análisis químico están dentro de los límites de precisión y sensibilidad requeridos.

6 PLANIFICACIÓN DE MUESTREO PARA LA CALIDAD DEL AGUA

La calidad del agua en ríos y quebradas se determina comúnmente mediante análisis químicos y físicos selectos de muestras de agua recoleccionadas para representar la masa de agua. Entre los factores a considerar al seleccionar un método de muestreo cabe mencionar: (1) la exactitud del muestreo necesaria para representar satisfactoriamente componentes de la calidad del agua de interés para que pueda lograrse el muestreo específico o los objetivos de datos-información, y (2) los costos de métodos de muestreo alternativos.

Los principales métodos de muestreo para determinar la calidad del agua en aguas circulantes pueden clasificarse como (1) **MUESTREO DE SUPERFICIE TOMADO AL AZAR** en el que se recogen muestras en un envase abierto desde un sólo punto en la superficie del agua, o cerca de ésta y (2) **MUESTREOS INTEGRADOS TRANSVERSALMENTE**, de compuestos de flujo ponderado (“integrados”) usando tomamuestras de integradores de profundidad, con boquillas, que se llenan isocinéticamente. El muestreo isocinético significa que no se produce un cambio en la velocidad del flujo cuando el agua ingresa la entrada del muestreador

6.1 OBJETIVOS DE CALIDAD DE DATOS (OCDs)

Los objetivos de datos-información son definidos con el fin del muestreo de la calidad de agua, tal como determinar el cumplimiento con normas de calidad de agua aplicables, identificar tendencias etc.

En las tablas 1 y 2 existen varios métodos o técnicas de muestreo que pueden seleccionarse basándose en varios OCDs.

- **Propiedades de las sustancias químicas**

Algunas informaciones básicas sobre las propiedades de sustancias químicas en general y de sustancias orgánicas en particular, son necesarias para iniciar la evaluación de la naturaleza y extensión del programa de muestreo y monitoreo. Las propiedades básicas de las sustancias químicas orgánicas incluyen:

Nombre químico de la sustancia
Nombre comercial
Fórmula estructural
Fórmula molecular
Masa molecular
Punto de fusión
Presión de vapor
Solubilidad en agua
Coeficiente de partición octanol-agua.

Además de esas propiedades, es conveniente contar con la siguiente información:

Constante de Henry
Productos de degradación y conversión
Tasa de hidrólisis
Tasa de fotólisis
Tasa de biodegradación
Coeficiente de partición sólidos-agua
Factor de bioconcentración

6.2. SELECCIÓN DEL SITIO

- Considérese si podrán obtenerse muestras de todas las descargas durante el curso de todo un año.
- Confluencia en secciones donde el canal sea más liso, más recto, accesible y uniforme en cuanto a su profundidad
- Evitar ubicar sitios directamente arriba o abajo de confluencias o fuentes focales para minimizar problemas con aguas estancadas o flujos mal mezclados.
- Determinar si el río o la quebrada es homogéneo en el sitio propuesto mediante mediciones de temperatura, pH, oxígeno disuelto, conductividad o a intervalos y profundidades regulares a través del canal para probar el grado de mezcla; debido a que la mayoría de las masas de agua no son completamente homogéneas.
- La representatividad de las muestras depende del equipo y del método de recolección empleado.
- Considérese la influencia de los errores que podrían encontrarse durante los procedimientos de muestreo debido a turbulencia, gradientes de velocidad y otros factores físicos que afectan la mezcla de sedimentos en el agua

6.3. ESTABLECIMIENTO DEL SITIO

Los pasos básicos para establecer un nuevo sitio incluyen ubicar y describir la estación de muestreo en los registros de datos o base de datos indicando el posicionamiento físico, determinando las coordenadas de la estación y fotografiándola. El trazado de esquemas del lugar que muestren los caminos, edificios y otros puntos de referencia que no se encuentren en los mapas topográficos, ayudará a localizar sitios remotos para terceros. El

primer paso en el archivo de los registros deberá consistir en establecer y Documentar un nuevo sitio de muestreo.

Si el sitio de muestreo no se muestra en un mapa, será necesario encontrar su localización física. Será necesario establecer el emplazamiento del sitio midiendo la distancia horizontal entre el sitio de muestreo y otras características físicas, transferir esa distancia a un mapa y marcar la localización. Las características de referencia en los cuadrángulos topográficos pueden ser caminos, edificios, cables de alta tensión y masas de agua. Los métodos y aparatos que se utilizan para medir distancias, en orden de exactitud decreciente, son: (1) triangulación, (2) medidor electrónico de distancias, (3) cinta métrica, (4) medidor de distancias de cadena, (5) rueda medidora de distancias, (6) telémetro, (7) sistema de posicionamiento global (GPS) (dependiendo de la exactitud o sensibilidad) y (8) medida a pasos.

Las coordenadas del sitio de la estación de muestreo en grados, minutos, segundos y fracciones de segundos de latitud y longitud deberán determinarse con la mayor exactitud que resulte posible. Las maneras de determinar coordenadas, de menos a más costosas, incluyen: empleo de cuadrángulos topográficos, agrimensura profesional y digitalización de mapas que utilizan tecnología del sistema de información geográfico (GIS) y/o aparatos portátiles de GPS.

Los sitios de las estaciones deberán fotografiarse regularmente a fin de mantener la documentación del sitio. En la primera visita al sitio conviene tomar una cantidad suficiente de fotos para establecer un registro fotográfico completo del sitio y de sus inmediaciones. Tomar fotos desde puntos fotográficos establecidos y constantes, tales como árboles o rocas grandes. Estos puntos fotográficos deben describirse en las notas de campo o deben improvisarse puntos de referencia (por ejemplo con una pila de rocas) si no se encuentran puntos naturales. Incluir a una persona en la foto para indicar la escala. Idealmente, deberán tomarse dos fotos del sitio-uno desde corriente arriba del punto de la muestra mirando corriente abajo al punto de la muestra y el otro desde corriente abajo del punto de la muestra mirando corriente arriba en el punto de la muestra. Tomar fotos adicionales si se observan cambios apreciables en el área del sitio. Las fotografías tomadas durante la vida del sitio deberán ayudar a Documentar las influencias y los cambios físicos que pueden tener un impacto sobre la calidad del agua (Arizona Water Resources Research Center, 1995, p. 10-13).

6.4. ESCALAS DE ESPACIO Y TIEMPO

"¿En qué extensión, en qué lugares y con qué frecuencia deberán ser colectadas las muestras"?

6.4.1. Escalas de espacio

Para la determinación de la escala de espacio apropiada sobre la cual se van a colectar las muestras, deben tomarse en cuenta las siguientes escalas:

Zona de mezcla local - 0,1 a 1-5 Km.
Escala regional - 1-5 a 10-50 Km.
Escala de cuenca mayor a 50 Km.

Zona de mezcla. La zona de mezcla local es el tramo donde se permite que la concentración de la sustancia química exceda un estándar específico de calidad de agua. El muestreo debe realizarse lateralmente a través del río o radialmente extendiéndose hacia afuera de las orillas de un lago, a fin de describir la extensión de espacio en que se puede efectuar la hipótesis de mezcla completa. Puede ser necesario realizar un muestreo local tan detallado una o dos veces, a fin de describir la zona de mezcla.

Escalas regional y de cuenca. La distribución depende de la tasa neta de pérdida de las sustancias químicas y de la hidrología del río (profundidad y velocidad). La concentración máxima (admitiendo mezcla completa) ocurre en el punto de descarga.

Por lo tanto, la extensión de la escala regional en la cual se conducirá el muestreo longitudinal, se determinará por medio de tres factores principales:

Lugares críticos de probable interferencia de la descarga con el uso del agua, tales como puntos de toma de agua para abastecimiento público o impactos locales sobre el ecosistema acuático;
Si hay más de una fuente descargando sustancias tóxicas a lo largo del río
La velocidad del río y la tasa neta de pérdida de la sustancia química.

Si no existen puntos críticos o potenciales aguas abajo de la descarga y si no hay otra fuente significativa sobre el cuerpo de agua, entonces puede ser necesario solamente un programa de muestreo cerca de la descarga para describir la zona de mezcla y las concentraciones máximas.

No obstante, si existen puntos de toma de agua para abastecimiento (u otras áreas de usos críticos de agua) aguas abajo de la descarga, sería necesaria una evaluación de la distancia longitudinal en la cual debe realizarse el muestreo.

Si es necesario el muestreo aguas abajo de la descarga, las estaciones de muestreo deberán situarse aguas arriba y aguas abajo de todas las principales fuentes puntuales, fuentes dispersas y entrada de afluentes tributarios.

6.4.2. Escalas de tiempo

Las consideraciones para determinar cuándo y con qué frecuencia muestrear incluyen:

Los efectos agudos de las sustancias descargadas en un corto período (1-4 días); tales fluctuaciones pueden impactar el ecosistema acuático o dar como resultado altas concentraciones al entrar en un sistema de distribución de agua.
Los efectos crónicos de sustancias tóxicas (semanas a meses) sobre la salud pública o ecosistema acuático.
La posible acumulación a largo plazo de la sustancia química en los sedimentos, con una subsecuente reaparición potencial por resuspensión o difusión desde los sedimentos.

Por cuestiones de naturaleza práctica, no es usualmente factible muestrear sobre toda la escala de tiempo debido a limitaciones de costos y de recursos humanos. Si se conoce que los vertidos en el área de estudio varían en forma de “pulso” (como por ejemplo escurrimiento de áreas agrícolas luego de una aplicación esporádica de plaguicidas), las investigaciones de campo deben ser realizadas precisamente antes, y continuar por un período de varios días posteriormente.

Como guía general, las investigaciones de campo deben llevarse a cabo a escalas de espacio intensivas y en forma semanal o bisemanal, varias veces al año. Las investigaciones estacionales deben realizarse durante períodos de bajo flujo y durante períodos de erosión potencial de sedimentos, si hay partición de la sustancia química a los sólidos suspendidos.

Es preferible este esquema de monitoreo, en el cual se realizan varios muestreos intensivos durante el año, a un programa de monitoreo más disperso a lo largo del año y con pocas estaciones. Para cubrir los intervalos entre los muestreos intensivos, se pueden mantener varias estaciones clave de monitoreo o de control, con muestreos semanales durante el año. Sin embargo, se debe recordar que los análisis de laboratorio para la mayoría de las sustancias tóxicas son complejos y que la especificación de una cantidad excesiva de muestras puede resultar una actividad irrealista para una determinada situación.

7. FLUJO DE AGUA

El flujo de agua en ríos se determina por la hidrología de la cuenca del río y las prácticas operacionales de las estructuras de control tales como presas. La variación del flujo a lo largo del año tiene un efecto significativo en las concentraciones de sustancias tóxicas en el río. La relación entre concentración y flujo dependerá de tres factores:

El tipo de descarga (fuente puntual vs. fuente dispersa): Para una fuente puntual la dilución de la descarga causa disminución de la concentración en la medida que el caudal aumenta.

Debido a que una sustancia química que se origina en una fuente dispersa es arrastrada por la escorrentía, las concentraciones tienden a aumentar con el caudal. Sin embargo, la relación entre concentración y caudal es complicada por diversas razones:

- El área en la cual se origina la sustancia química puede representar apenas una parte del área de drenaje total de la cuenca. Las variaciones en la precipitación dentro de la cuenca tenderían a confundir cualquier relación general con el caudal.
- La sustancia química puede estar presente en la cuenca apenas parte del año. Las concentraciones tienden a aumentar después de un evento hidrológico solamente durante aquella parte del año. Los plaguicidas y herbicidas son sustancias químicas que siguen ese comportamiento.

Grado de adsorción de la sustancia química a los sedimentos: las sustancias químicas que se adsorben a los sólidos tienden a acumularse en los sedimentos. Cuando el sedimento es erosionado y conducido a la columna de agua, la sustancia química asociada al sedimento es también conducida a la columna líquida y la concentración aumenta. Como resultado, la relación típica entre descarga y concentración para una fuente puntual de una sustancia química que se adsorbe, es un decaimiento inicial en la concentración seguido de un crecimiento en la medida que el caudal se torna suficientemente alto para erosionar los sedimentos del fondo.

La presencia en cuerpos de agua de estructuras de control: La presencia de estructuras de control aguas arriba, tales como represas, afecta significativamente el

movimiento de la sustancia química en el cuerpo de agua. Las concentraciones aguas abajo dependen de la descarga a través de la estructura y también de la profundidad en que el agua es lanzada desde la estructura. Las presas y los reservorios retienen detrás de ellos las sustancias químicas, particularmente aquellas asociadas con los sólidos suspendidos que se depositan en el reservorio. Cualquier actividad que dé como resultado la resuspensión y transporte de esos sedimentos, aumentará la concentración de sustancias químicas aguas abajo. Estas actividades pueden incluir caudales muy altos que arrastran los sedimentos de fondo o que la descarga de agua de la presa esté muy cerca del fondo del embalse. En ausencia de estas actividades, el efecto principal de una presa es disminuir estos efectos y, por lo tanto, la concentración de sustancias químicas aguas abajo.

Dado que el enfoque de una evaluación de sustancias químicas en un cuerpo de agua es determinar y analizar las condiciones que representan alguna condición crítica, la elección de condiciones de flujo debe reflejar el tipo de fuente, las características de adsorción de la sustancia química y la presencia de estructuras de control en el cuerpo de agua. Para la mayoría de los casos, los períodos de flujos bajos representan la condición crítica.

La determinación de los flujos durante los períodos de estudio del cuerpo de agua se inicia con los datos de caudales proporcionados por las estaciones de aforo y estructuras de control. Estos datos suministran caudales en puntos específicos a lo largo del cuerpo de agua. Para estimar la variación de caudal entre estos puntos se pueden emplear dos aproximaciones: 1) Estudio directo en el río, o, 2) Aplicación de tasas de flujo con respecto al área.

La medición directa del caudal en el río se basa en el aforo directo o en el cálculo de dilución en el lugar de descarga de una fuente puntual continua de un trazador conservativo. Para esta última, la ecuación que define el caudal en el río es:

$$Q_{r1} = Q_i \frac{c_i - c_{r2}}{c_{r2} - c_{r1}} \quad (7)$$

en la cual:

Q_{r1} = caudal del río arriba de la fuente puntual i (Volumen /tiempo)
Q_i = caudal de la fuente puntual i (Volumen /tiempo)
c_i = concentración de trazador conservativo en la fuente puntual i (Masa/Volumen)
c_{r1} = concentración de trazador conservativo en el río arriba de la fuente puntual i (Masa/Volumen)
c_{r2} = concentración de trazador conservativo en el río abajo de la fuente puntual i (Masa/Volumen)

En condiciones ideales, el trazador es un parámetro fácilmente medible cuya concentración en la fuente puntual i es diferente a la del río. De estos trazadores, la conductividad es el que se emplea más comúnmente. En ausencia de una fuente puntual con un trazador conservativo utilizable, se puede inyectar un trazador fluorescente en el río a una tasa constante. La concentración de trazador fluorescente medida en la solución inyectada y en el río y la tasa de inyección del trazador son utilizadas para determinar el flujo del río. Rodamina WT es el trazador fluorescente más utilizado debido a que se degrada lentamente y no es adsorbido significativamente a los sólidos en el río. Se hace

notar que la concentración abajo de la fuente puntual i tiene que ser medida luego de que la fuente puntual se ha mezclado en toda la sección transversal del río.

El flujo del río en puntos entre estaciones de aforo puede también ser estimado sin ninguna medición directa en el río. El procedimiento es el siguiente:

1. Determine el área de drenaje de la cuenca en los lugares del río en que hay estaciones de aforo y en los lugares entre estaciones donde se quiere conocer el caudal.
2. Calcule el caudal por unidad de área de drenaje (caudal específico) en las estaciones de aforo.
3. Calcule el área de drenaje incremental entre la estación de aforo y el punto de interés.
4. Multiplique el área de drenaje incremental por el caudal específico de la estación de aforo y sume el resultado al caudal de la estación de aforo. Pese a que este método es menos costoso que el de las mediciones directas en el río, resulta también menos preciso.

8. CARPETAS DE CAMPO/MEDICIONES EN EL TERRENO

El empleo y mantenimiento de carpetas de campo garantiza que pueda encontrarse toda la información necesaria sobre el sitio de muestreo en todo momento en un solo archivo. El empleo de carpetas de campo para toda la información pertinente a la operación de una estación/sitio de muestreo para la calidad del agua de superficies es una práctica común de algunos organismos. La carpeta de campo deberá contener la mayoría, si no toda, la información siguiente siempre que sea posible: datos asociados o información histórica de otras bases de datos mantenidas por organismos estatales y locales; información sobre el uso de la tierra, incluidas fotografías aéreas; reportes publicados y no publicados; estudios y datos; mapas geológicos y mapas de contorno de la tabla de agua

Las notas tomadas in-situ son importantes para el proceso de recolección de muestras debido a que a menudo son el único registro escrito de las mediciones en el terreno. Las mediciones en el terreno registradas, las observaciones del sitio y las desviaciones de los procedimientos de muestreo estándar constituyen una documentación importante para la garantía de calidad/control de calidad (GA/CC) y para la interpretación de los datos. Estos registros podrían ofrecerse como documentos oficiales y legales y deberán ser lo más legible y completo posible. Las mediciones y observaciones in-situ registradas con tinta indeleble durante cada visita a una estación individual pueden incluir, entre otras cosas, lo siguiente:

1. Nombre de la estación
2. Número de identificación
3. Datos de muestreo
4. Hora del muestreo
5. Nombre(s) del(los) muestreador(es)
6. Objeto de la muestra
7. Propiedades y componentes y valores medidos in-situ:
    a. Temperatura (agua y aire)
    b. pH
    c. Oxígeno disuelto (medidos en el centro del flujo siempre que sea posible)
    d. Conductancia específica
8. Descarga instantánea/altura de aforo al comienzo y el final del muestreo

9. Alturas de aforo interinas si ocurren cambios considerables durante el muestreo
10. Condiciones de muestreo tales como:
    a. Ubicación (por ejemplo, vado, puente)
    b. Uso del sitio (por ejemplo, canal abierto, charco) y de la corriente
    c. Método/equipo usado
11. Condiciones de la etapa y actividad biológica
12. Tiempo-precipitación actual y reciente
13. Aspecto del agua, olores inusuales
14. Notas varias, incluídas mediciones transversales, actividades de línea divisoria o de corriente
15. Tipos de muestras recogidas-químicas/biológicas/para garantía de calidad
16. Números de rotulación o de seguimiento para muestras enviadas al laboratorio
17. Números de lotes de blancos, recuentos bacterianos y parámetros que falten

Las mediciones en el terreno son las determinaciones de las propiedades físicas y de los componentes químicos que se miden en el lugar, lo más cerca posible en tiempo y espacio a los medios que se muestrean. Las mediciones de temperatura del agua, pH, alcalinidad, DO y conductancia específica podrían cambiar notoriamente en unos minutos u otras después de la recolección de la muestra. Por lo tanto, se necesitan las mediciones en el terreno de estas propiedades para obtenerse resultados representativos de las condiciones de corriente entrante. Las mediciones in-situ, notas de campo sobre los métodos o el equipo de muestreo utilizado, las observaciones del sitio y la información de calibración deberán anotarse en las formas para tomar registros in-situ para consulta posterior. Estas formas o notas para datos in-situ pueden variar de formato.

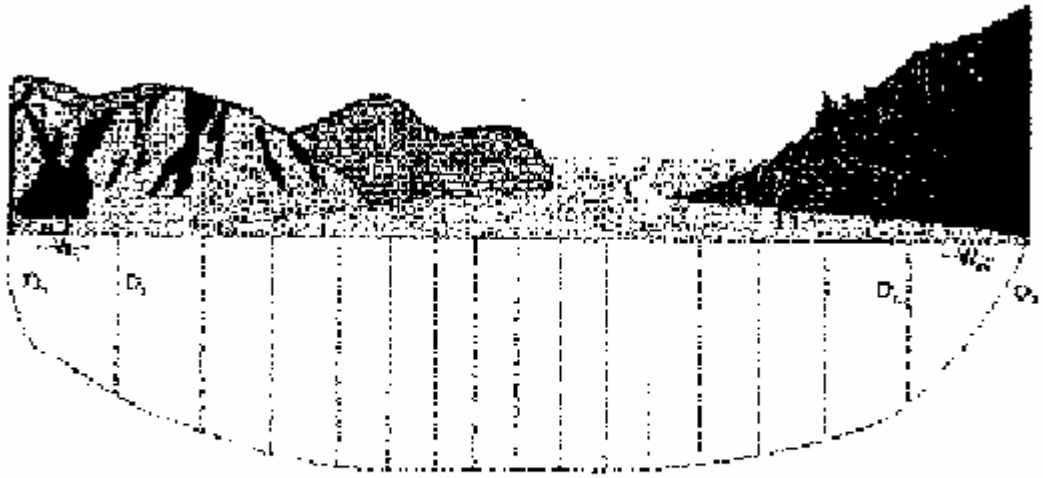
También deberán usarse registros cronológicos para controlar el comportamiento, el mantenimiento y la calibración de los instrumentos. Estos registros deben actualizarse y revisarse antes de cada viaje de estudio. Deberá verificarse la operación y la calibración de todos los instrumentos de campo (incluídos los contadores y electrodos de seguridad) para garantizar que están todos en buenas condiciones de funcionamiento. Antes de salir en viaje de reconocimiento, habrá que probar cada instrumento (contadores y sensores). Las mediciones en el terreno deben hacerse solamente con instrumentos calibrados. Calibre los instrumentos siguiendo las directrices del fabricante o del manual de funcionamiento.

Antes de tomar las mediciones en el terreno, debe permitirse que los sensores se equilibren en relación con la temperatura del agua que se esté monitorizando. Dejar 60 segundos, como mínimo (o seguir las directrices del fabricante) para equilibrar los sensores con el agua de la muestra. Los sensores están adecuadamente equilibrados cuando se estabilizan las lecturas de los instrumentos. Registre la media de las tres o más lecturas finales como el valor a reportar para ese punto de medición. Cuando se hacen mediciones en el terreno con un instrumento multiparámetros, es preferible colocar la sonda en la masa de agua que se va a muestrear y dejar que se equilibre en el modo de DO mientras ocurre la medición del caudal. Las mediciones en el terreno deben hacerse in-situ si es posible (en el centroide del flujo) si la corriente parece a simple vista completamente mezclada de orilla a orilla. La medición in-situ es necesaria para evitar cambios en las propiedades químicas del agua anóxica. Las mediciones de submuestras son necesarias para las determinaciones de alcalinidad.

9. CAUDAL

Lo primero en la medición del caudal es seleccionar una sección transversal. Seleccionar un tramo recto donde el lecho de la corriente sea uniforme y relativamente sin rocas y crecimiento acuático. El caudal deberá ser uniforme y sin remolinos, agua muerta cerca de las orillas ni excesiva turbulencia. Si fuera necesario y posible, modificar la sección transversal seleccionada para la medición para proporcionar condiciones aceptables construyendo diques para limitar el agua muerta o quitar rocas, maleza y escombros en el tramo de la corriente de 1 a 2 m corriente arriba desde la sección transversal. Después de modificar un lecho de caudal, dejar que se estabilice la corriente antes de iniciar la medición. Determinar el ancho de la corriente tendiendo una cinta de medir de orilla a orilla en ángulos rectos a la dirección de la corriente. Después, determinar el espaciamiento o el ancho de las verticales. Espaciar las verticales de modo que ninguna sección parcial tenga más del 5 ó 10 por ciento de la descarga total dentro de ella. Si el ancho de la corrientes es de menos de 1,5m, usar anchos de espaciamiento vertical de 15cm. Si el ancho del caudal es superior a 1,5m, el número mínimo de verticales es 10 ó 25. El número preferido de verticales es 20 a 30. En la primera vertical, en un caudal de más de 80cm, cara arriba (pararse 45cm, como mínimo, corriente abajo y hacia un lado del sensor de caudal) y bajar el medidor de velocidad hasta el fondo del canal; registrar su profundidad y después levantar el medidor a 0.8 y 0.2 de la distancia de la superficie de la corriente, medir las velocidades del agua a cada nivel, y promediarlas. La varilla de vadeo permite que el usuario ponga fácilmente el sensor a 0.8 y 0.2 de la profundidad total usando las marcas de la varilla. Cada marca individual representa 3cm, cada marca doble representa 15cm y cada marca triple representa 30cm. Si la profundidad es inferior a 80cm, sólo se requerirá una medición en cada sección de medición vertical, a 0.6 de la profundidad total.

La vara de vadeo deberá mantenerse vertical y el sensor de flujo perpendicular a la cinta en vez de perpendicular al flujo durante la medición de la velocidad con un flujómetro electrónico. Al usar un medidor pigmeo, el instrumento deberá estar perpendicular al flujo. Pasar a la vertical siguiente y repetir el procedimiento hasta llegar a la orilla opuesta. Una vez que se hayan determinado la velocidad, profundidad y distancia de la sección transversal, podrá emplearse el método de la sección media para determinar la descarga (fórmula en la fig. . Calcular la descarga en cada incremento multiplicando la velocidad promediada en corrientes de menos de 80cm de profundidad en cada incremento por el ancho del incremento y la profundidad promediada. (Nótese que los incrementos primero y último están ubicados al borde de la corriente y tienen una profundidad y velocidad de cero). Sumar las descargas para cada incremento para computar la descarga total del caudal. Registrar el flujo en litros (o pies cúbicos o metros cúbicos) por segundo en la libreta de anotaciones en el terreno.



$$Q = \left(\frac{D_1 + D_2}{2}\right)\left(\frac{V_1 + V_2}{2}\right)W_1 + \ldots + \left(\frac{D_m + D_n}{2}\right)\left(\frac{V_m + V_n}{2}\right)W_m$$

Q = descarga, D = profundidad, V = velocidad, W = ancho (Rantz y colegas, 1982).

10. SEGURIDAD

Antes de tomar muestras de calidad del agua, es preciso tener en cuenta los requisitos de salud y seguridad aplicables. A menudo se recogen muestras en sitios contaminados o en lugares remotos y accidentados lejos de toda atención médica inmediata. Para éstas y otras cuestiones relacionadas con la seguridad, el personal de campo deberá tener en cuenta estas recomendaciones:

1. Recibir adiestramiento previo en primeros auxilios y resucitación cardiopulmonar (RCP). La Cruz Roja ofrece el adiestramiento en muchas ciudades. Recibir adiestramiento previo en el uso y manejo, transporte, almacenamiento y eliminación de substancias químicas a un nivel apropiado para los tipos de substancias químicas que se espera encontrar. Antes de manejar sustancias químicas, consultar las Hojas de Datos de Seguridad de Materiales (HDSM);
2. Consultar al funcionario encargado de la seguridad personal de la entidad;
3. Nunca ir solo(a) al terreno;
4. Determinar por adelantado el lugar del hospital, clínica o médico más cercano;
5. Recibir las inmunizaciones pertinentes. Se recomiendan las vacunas contra el tétano, la hepatitis B y la fiebre tifoidea cuando se trabaja cerca de aguas contaminadas;
6. Notificar el itinerario a otras personas y designar con quién comunicarse en caso de emergencia;
7. Tomar medidas contra cazadores, reptiles venenosos, plantas venenosas, roedores, y pequeños mamíferos, inundaciones repentinas, agotamiento causado por el calor, exposición al sol y otras condiciones medioambientales que pudieran afectar negativamente la salud y la seguridad personal;
8. Llevar identificación. Además, si es posible, llevar consigo un teléfono celular o un radio bidireccional;

9. Tener en cuenta todos los reglamentos sobre seguridad de puentes. Verificar con la entidad si existen protocolos o directrices específicos para tomar muestras desde puentes. Usar Aparatos de Flotación Personal(AFP) cuando se actúe en el agua o sobre la misma;
10. Al manejar preservativos de muestras, tales como ácidos, usar siempre gafas a prueba de salpicaduras y guantes no contaminantes

Descontaminación del Equipo

El objeto de limpiar el equipo es la descontaminación del equipo-la eliminación de residuos de construcción y de maquinado en el nuevo equipo y la extracción de substancias adheridas al equipo en situaciones anteriores de exposición al medio ambiente y a otros medios. El equipo empleado para muestreos (tomar, procesar y manejar muestras) debe limpiarse antes de ser utilizado. El nivel de limpieza con mucha inmersión y enjuague dependerá del nivel de precisión analítica requerido en el plan de muestreo

11.RECOLECCIÓN DE MUESTRAS PARA LA CALIDAD DEL AGUA

i. Métodos de Muestreo

En las secciones siguientes se describen los procedimientos de muestreo al azar y de muestreo transversal de monitorización de la calidad del agua. Los protocolos de mayor aceptación en estos momentos, especialmente cuando se utilizan niveles analíticos de partes por millares de millones, requieren el empleo de procedimientos de muestreos limpios. Estos procedimientos de muestreo ayudan a reducir (en la medida factible dados los recursos corrientes) la cantidad de contaminación introducida cuando se recogen muestras de control de calidad en el terreno. Los procedimientos de muestreo “limpios” involucran (1) usar equipos construidos de materiales no contaminantes y que se hayan limpiado rigurosamente antes del trabajo en el terreno y entre sitios; (2) manejar los equipos en formas que minimicen la contaminación; (3) tomar, procesar y manejar muestras en una manera que impida la contaminación; y (4) recoger muestras para control de calidad (QC) de rutina.

- **Técnicas de Manos Limpias (ML)/Manos Sucias (MS)**

Los procedimientos de muestreo “limpios,” incluidas las técnicas de ML/MS, son necesarios cuando se recogen muestras inorgánicas para determinar la presencia de metales y otros oligoelementos. Los procedimientos de muestreo limpio se recomiendan para todos los demás muestreos, en la medida en que resulte razonable, pero particularmente cuando el analizando objeto podría estar sujeto a contaminación en el terreno o de los procedimientos de laboratorio a un nivel que podría sobrepasar OCDs con fines de información e interpretación. Las técnicas ML/MS separan las funciones en el terreno y dedican un individuo como “manos limpias” para tareas relacionadas con tener contacto directo con la muestra. A continuación se presenta un resumen de estas técnicas:

Las técnicas ML/MS requieren dos o más personas que trabajen juntas.
En el sitio de trabajo, una persona es designada como “manos limpias” (ML) y una segunda persona como “manos sucias” (MS). Aunque las tareas específicas se asignan al comienzo a ML o MS, algunas tareas se superponen y pueden ser

manejadas por una u otra persona siempre que no se introduzca contaminación en las muestras.
Tanto ML como MS usan guantes adecuados no contaminante, desechables y exentos de polvo durante toda la operación de muestreo y se cambian los guantes frecuentemente, generalmente con cada cambio de tarea (usar capas múltiples de guantes facilita cambiarlos rápidamente).
ML se encarga de todas las operaciones que se relacionan con equipos que entran en contacto con la muestra; por ejemplo, ML:

- Maneja la botella de la muestra de agua de superficie.
- Maneja el extremo de descarga del tubo o la línea de la muestra de agua de superficie.
- Prepara un espacio de trabajo limpio (dentro del vehículo).
- Prepara las cámaras de procesamiento y preservación.
- Arma los equipos (por ejemplo, los frascos de muestras y los equipos de filtración y de preservación) dentro de las cámaras.
- Trabaja exclusivamente dentro de las cámaras durante la recolección, el procesamiento y la preservación.
- Cambia las cubiertas de la cámara cuando es necesario.
- Arma el equipo de limpieza en el terreno y limpia el equipo.

5. MS se encarga de todas las operaciones que relaciona con entrar en contacto con posibles fuentes de contaminación; por ejemplo, MS:
   - Trabaja exclusivamente en el exterior de las cámaras del procesamiento y preservación.
   - Opera las grúas, trípodes, perforadoras, vehículos u otros equipos de apoyo.
   - Maneja las herramientas tales como martillos, llaves inglesas, llaves, cerraduras y distribuidores de flujo de muestras.
   - Maneja los instrumentos monoparámetros o multiparámetros para mediciones en el terreno.
   - Maneja el porta agitador, incluídas las bolsas exteriores protectoras.
   - Maneja el equipo de aforo de caudal o de nivel del agua.
   - Prepara y calibra instrumentos de mediciones en el terreno.
   - Mide y registra niveles del agua y mediciones en el terreno.

12.1. Muestreo Tomado al Azar

Las muestras tomadas al azar se indican en la tabla 2 para OCD I, II, y III. Una muestra tomada al azar, como se explica en una sección anterior, es colocado en un recipiente abierto desde un solo punto en la superficie de un quebrada/río/lago/embalse, o cerca de ella. Las muestras tomadas al azar pueden tomarse con un recipiente suspendido o de mano de polipropileno (Nalgene™) de 5-galones, vertedor desechable o frasco angosto de boca abierta. Si la muestra tomada al azar es recolección por métodos de mano, el muestreador colector deberá vadear hasta el lugar donde se tomará la muestra (preferiblemente en el centroide de la corriente o en el canal de paso) y sumergir un frasco de mano de boca angosta. Las muestras de agua deben recogerse antes de hacer ningún otro trabajo en el lugar. Si se hace otro trabajo (por ejemplo, recolección de muestas sedimentarlas, medición de caudal, o evaluación biológica/de hábitat) antes de la recolección de las muestras de agua, una muestra representativa será difícil recoger de una corriente alterada. El muestreador colector deberá pararse corriente abajo de la botella durante la operación de llenado. Deberá tenerse cuidado de evitar tomar partículas

que estén suspendidas como consecuencia del vadeo. Algunos ejemplos de muestras tomadas al azar son muestras de inmersión, discretas y de bomba. Las muestras de inmersión normalmente se recogen sumergiendo el envase de recolección (de un material no contaminante correcto) en la capa superior del cuerpo de agua. Se recogen muestras discretas o puntuales ya sea (1) bajando un tomamuestras hasta una profundidad especificada y después recogiendo una muestra abriendo y cerrando el tomamuestra, o (2) usando un tomamuestras monoetápico, que se llena cuando el nivel de la corriente sube hasta una altura predeterminada. Los tomamuestras de tanque y algunos de bomba son los que más se usan para tomar muestras por el método 1. Aunque estos tomamuestras se prevéen principalmente para muestrear aguas calmas, se los puede adaptar para aguas que fluyen lentamente. Los tomamuestras monoetápicos usados en el método 2 incluyen el U-59 y son útiles en estaciones sobre corrientes rápidas o en otros lugares donde es difícil llegar a una estación para tomar muestras manualmente. Los muestreos con bombas se recogen típicamente mediante aspiración o sistemas de bombas sumergibles destinadas a tomar muestras para verificar la calidad del agua. Los sistemas de bomba pueden ser portátiles o estar instalados permanentemente y automatizados para el muestreo.

Para una muestra de calidad del agua de rutina donde el agua cerca de la superficie es representativa de la masa de agua, puede tomarse una muestra de agua sumergiendo directamente el recipiente debajo de la superficie del agua hasta una profundidad de 1 pie. Puede usarse una cubeta para tomar una muestra si la capa superficial mixta es poco profunda o accesible solamente desde un puente. Si se usa una cubeta, deberá tenerse sumo cuidado para evitar contaminar la muestra con desechos de la soga y del puente. Deberá tenerse cuidado también de enjuagar la cubeta entre estaciones. En los ríos lentos, embalses y estuarios, la profundidad de la capa mixta puede determinarse en base a mediciones en el terreno ubicando el termoclino o un cambio abrupto en la conductancia específica. En las masas de agua influenciadas por las mareas, la capa superficial mixta se define como la parte de la columna de agua desde la superficie hasta la profundidad en que la conductancia específica es 6,000 µS/cm mayor que la conductancia específica en la superficie. Para muestras de capas superficiales mixtas (profundidad de más de 1 ft), preenjuagar uno de los siguientes dispositivos de muestreo al menos una vez con agua nativa antes de usar: tubo de bomba sumergible, Kemmerer, o Van Dorn. Deberá tomarse un volumen mínimo de 3 L de cada sitio. Los recipientes de la muestra no tienen que ser enjuagados con el agua del sitio. Deberá tenerse cuidado en todo momento durante la recolección, manejo y transporte de las muestras, para evitar exponer la muestra a la luz solar directa. En la tabla 3 se presenta información sobre el procesamiento y preservación de muestras y tiempos de retención del método del muestreo al azar, incluídos información sobre los metales disueltos en el agua.

1.1.1.1.1 *12.2. Muestreo transversal*

El muestreo transversal (en este manual se usa para denotar un compuesto integrado transversalmente, ponderado en función de la corriente) se logra utilizando tomamuestras integradores en profundidad con boquillas que se llenan isocinéticamente. Un tomamuestras isocinético opera de una forma en que la mezcla de agua-sedimento se mueve dentro del tomamuestras sin que haya cambio de velocidad ni dirección (velocidad) cuando el agua ingresa en la entrada del tomamuestras. Este método de muestreo garantiza que la concentración de sedimentos en la mezcla de sedimentos en agua en el tomamuestras y la concentración de sedimentos en la corriente sea la misma.

Un tomamuestras isocinético se baja por una vertical (el centro de cada incremento o parte de la sección transversal de la corriente) a una velocidad de tránsito predeterminada. La velocidad de tránsito (la velocidad en que se baja y se levanta el tomamuestras) es principalmente una función del diámetro de la boquilla del tomamuestras, el volumen del recipiente del tomamuestras, la velocidad de la corriente y la profundidad del muestreo. La velocidad de tránsito debe mantenerse constante durante el descenso y también durante el ascenso del tomamuestras por una vertical. Tres métodos de muestreo diferentes basados en el uso de tomamuestras isocinéticos son el método vertical simple en el centroide del flujo, el método de incremento de descargas iguales (IDI) y el método de incremento de anchos iguales (IAI). El centroide de la corriente es el punto en el incremento en que la descarga es igual a ambos lados. El número de incrementos necesarios para obtener una muestra ponderada en función de la descarga en un sitio está relacionado principalmente con la exigencia de ODCs y con la calidad de la mezcla u homogeneidad de la corriente con respecto a las características físicas, químicas y biológicas (variación) de la sección transversal. En la tabla 4 se presenta la información sobre procedimientos y preservación de muestras y tiempos de retención para el método de muestreo representativas/integradas en profundidad

1.1.1.1.1.1 Método de muestreo en vertical simple en el centroide del flujo

El método (VCF) usa un centroide del flujo para la sección transversal de la corriente y por lo tanto se muestrea solamente una vertical. En otras palabras, se recoge una muestra integrada en profundidad en la vertical de concentración media ponderada en función del flujo. Consecuentemente para el uso correcto de este método, la sección deberá estar bien mezclada verticalmente y lateralmente con respecto a las concentraciones de los analizandos objetivo. Deberán seguirse estos pasos para usar el método VCF:

Medir la descarga a lo largo de la sección transversal a ser muestreada. Espaciar las verticales para dar unas 25 a 30 subsecciones o incrementos.
Ubicar el centroide del flujo (el punto de la corriente donde la descarga es igual de ambos lados) directamente en la hoja de medición de descarga, o
Trazar una curva de Incrementos de descargas Iguales (IDI) usando la descarga acumulativa o el porcentaje acumulativo de descarga trazado contra el estacionamiento transversal (en pies desde la orilla derecha de la corriente). El centroide del flujo (según lo determinado por la curva IDI) estaría ubicado en el ancho de la sección transversal donde 50 por ciento de la descarga cruza la línea trazada.

Si el canal de flujo es estable en la sección transversal que se va a muestrear, entonces las curvas IDI de descarga acumulativa en varias etapas pueden basarse en las mediciones históricas de las descargas. La ubicación de los centroides de incrementos de descargas iguales puede determinarse en base a estos gráficos de modo que no tengan que hacerse mediciones de descarga antes de cada muestreo. Las curvas IDI requieren verificación periódica, a diferencia de las mediciones de descargas recientes.

Examinar la sección transversal para establecer la uniformidad del aspecto.
Medir la variación transversal de las mediciones en el terreno (temperatura, pH, DO y conductancia eléctrica específica) en los sitios que tienen historias de muestreo. Generalmente, estos parámetros de campo deben estar medidos a no menos de 10 incrementos espaciados uniformemente a aproximadamente 1 pie por debajo de la superficie del agua. Registrar y revisar la magnitud de las variaciones en la sección

transversal. Si los valores de medición de campo difieren en menos del 5 por ciento e indican que la corriente está bien mezclada tanto a lo largo de la sección transversal como desde el fondo hasta la superficie, podrá usarse un solo flujo vertical.
Evaluar los datos de los pasos 1-4 para decidir si corresponde aplicar el método VCF. Si la descarga, la medición en el terreno o los análisis químicos no confirman que la sección transversal está bien mezclada vertical y lateralmente usar o bien el método IDI o el método IAI.
Si el método vertical simple es apropiado ir a la sección de los procedimientos IDI y seguir el paso 3 para seleccionar la velocidad de tránsito y al paso 4 para tomar muestras.

1.1.1.1.1.2 Método de incremento de igual profundidad

El objetivo del método IDI consiste en tomar una muestra ponderada de descargas que represente todo el caudal que pasa por la sección transversal, obteniendo una serie de muestras, cada una representando volúmenes iguales de descarga. El método IDI requiere que el flujo en la sección transversal se divida en incrementos de descarga igual. Se recogen muestras de igual volumen en el centroide de cada uno de los incrementos de descarga igual en la sección transversal. Las muestras se recogen pasando el tomamuestras por una vertical ubicada en el centroide de cada IDI. El colector de muestras debe: (1) usar equipo de muestreo isocinético, de integración en profundidad, (2) usar el mismo tamaño de frasco y boquilla de tomamuestras en cada una de las verticales, (3) Usar la misma velocidad de tránsito constante durante cada ascensión y descenso en las verticales y (4) combinar las muestras de todas las verticales en el equipo de combinación correspondiente.

1.1.1.1.1.3 Método de incremento de anchos iguales

Para el método IAI, la sección transversal del caudal se divide en un número de incrementos de anchos iguales. Las muestras se recogen bajando y levantando el tomamuestras por la columna de agua en el centro de cada incremento. La combinación de la misma velocidad de tránsito constante utilizada para muestrear en cada vertical y la propiedad isocinética del tomamuestras resulta en una muestra ponderada en función de las descargas que es proporcional al caudal total.

Procesamiento de muestras de corte transversal

Las muestras transversales generalmente se componen para producir una muestra de la calidad del agua que es representativa de la descarga del flujo total en la estación de muestreo. Esta composición puede realizarse depositando el volumen de cada muestra de cada vertical en un separador dinámico—un recipiente de polietileno que menea lentamente la muestra compuesta con un disco de polipropileno. Debido a que el separador dinámico requiere 3 a 8 L de agua compuesta, es posible que se necesite muestrear más de una vez las verticales en una corriente estrecha. Todas las verticales deben muestrearse el mismo número de veces para retener la representatividad de la muestra con respecto al caudal. Es también importante agitar al retirar partes alícuotas de muestra del separador. No usar un separador dinámico para componer muestras recogidas para determinar presencia de MOV, carbono orgánico, petróleo y grasa, pesticidas, herbicidas o bacterias, porque sus componentes plásticos tienen el potencial

de absorber y contaminar las muestras. Usar en vez recipientes de vidrio para muestrear estos parámetros con el método de muestreo al azar.

Algunos compuestos requieren diferentes métodos de muestreo. Verificar siempre con el laboratorio que realizará los análisis acerca del tipo de recipiente y el volumen, la preservación y los tiempos de retención. En el plan de muestreo deberán incluirse descripciones claras de los analizandos selectos, tiempos de retención y preservativos, antes de tomar las muestras. Los parámetros/analizandos corrientes, tiempos de retención y preservativos tanto para métodos de muestreo al azar como integrados en profundidad están listados en las tablas 3 y 4.

Las muestras deben envolverse y embalarse en recipientes para que sean recibidas intactas en el laboratorio. Registrar todos los números de identificación en las notas de campo o en el diario de operaciones en el terreno. Comunicarse con el laboratorio acerca del plazo de entrega y el método de envío. Seguir el procedimiento necesario, completar las formas requeridas y retener copias para poder seguir las muestras después del envío.

13. PLANES DE GARANTÍA DE CALIDAD (GC) Y DE CONTROL DE CALIDAD (CC)

El afianzamiento de la validez de los datos medioambientales se logra recogiendo muestras para Control de Calidad (CC), revisando y analizando datos de CC y haciendo ajustes de los procedimientos de tomar datos basados en los resultados. Debido a que el muestreo medioambiental se hace de una manera relativamente descontrolada sujeto a muchas variables, grandes fuentes de errores pueden existir. Por lo tanto, las medidas de control sobre la recolección de muestras para la calidad del agua son esenciales para contestar todas las preguntas concernientes a la validez de los datos. Los planes de GC deben contener procesamientos planeados y sistemáticos, que son necesarios para dar confianza en que los datos satisfacerán los requisitos establecidos para la calidad. Puede encontrarse información detallada sobre la garantía de calidad y ejemplos de control de calidad en la documentación general y en la documentación generada por las entidades específicas responsables de recopilar datos sobre la calidad del agua. Esta sección da un examen de los tipos de ejemplos de CC que son requeridos normalmente por los planes de GC

Las soluciones en blanco o “blancos” son soluciones (agua desionizada o de enjuague) que tienen concentraciones del analizando objetivo inferiores a los límites indicados para los métodos de detección, según lo certifican los laboratorios. Estas soluciones se emplean para desarrollar tipos específicos de muestras en blanco. Los blancos de equipo son soluciones en blanco que se procesan en todos los equipos utilizados para tomar y procesar una muestra medioambiental. Una vez analizados, los blancos indican la eficacia de la limpieza de los equipos en el terreno. Los blancos de equipo deben tomarse después de muestrear la estación con la contaminación más elevada. Los blancos de campo son recipientes de agua desionizada que se someten a los mismos aspectos de la recolección de muestras, procesamiento en el terreno y preservación, transporte y manipulación de laboratorio a que se someten las muestras medioambientales. Los blancos de campo se utilizan para determinar la contaminación en el laboratorio y la contaminación cruzada durante la recolección y el envío de las muestras. Los blancos de viaje son recipientes de agua desionizada que se ponen en el mismo tipo de frasco como los usados para muestras medioambientales y se mantienen con el juego de frascos de muestras antes y después de tomar la muestra. Estos blancos son usados para detectar

la contaminación que ocurrió durante el transporte o el almacenamiento de la muestra o en el laboratorio. Se utilizan muestras duplicadas para evaluar el comportamiento en aquellas partes del proceso que son duplicadas. Las muestras duplicadas se recogen de tal manera que las muestras se consideren esencialmente idénticas en su composición. Muchos tipos de muestras duplicadas son posibles y cada una puede producir resultados algo diferentes en condiciones hidrológicas dinámicas. Los duplicados separados que se envían a diferentes laboratorios se utilizan para garantizar que los resultados de los diferentes laboratorios se mantengan comparables. Los duplicados separados que se envían al mismo laboratorio se utilizan para medir la variabilidad del laboratorio. Los duplicados simultáneos o secuenciales se utilizan para garantizar que las muestras recogidas con diferentes tomamuestras o por métodos diferentes de muestreo se mantengan comparables. Las muestras enriquecidas son muestras que tienen concentraciones conocidas de componentes específicos a fin de minimizar el cambio en la matriz de las muestras originales. Los datos de exactitud reflejan los mejores resultados que puedan esperarse en el momento en que se analizaron las muestras y los datos de recuperación reflejan una desviación de una matriz de muestras medioambientales.

La Mayoria de los planes QA y las muestras QC toman en cuenta lo siguiente:

- Un blanco de equipo debe ser tomado anualmente o cada vez que se use un equipo nuevo.
- Condiciones del terreno pueden requerir blancos u otras muestras de QC que no han sido previamente planeadas.
- Todas las muestras de QC deben ser tomadas en el terreno el mismo día en que se tomen las muestras medioambientales.
- Preservativos del mismo número de lote deben ser usados para las muestras medioambientales y para las asociadas. El número de lote de los preservativos debe ser registrado.
- Las muestras de control de calidad deben ser rotuladas adecuadamente.
- Los análisis de los resultados de QC deben ser almacenados en una base de datos separada.

14. MEDICIONES EN EL TERRENO

14.1. PROFUNDIDAD DE LAS MEDICIONES

Si la profundidad del agua para una muestra tomada al azar es inferior a 46cm, las mediciones en el terreno deberán hacerse a una profundidad igual a un tercio de la profundidad del agua medida desde la superficie del agua. Si la profundidad del agua en el punto de muestreo es superior a 46cm pero inferior a 1,5m la temperatura, el pH, el OD, y la conductancia específica deberán medirse a 30cm por debajo de la superficie. Si la profundidad del agua en el punto de muestreo es superior a 1,5m, deberá tomarse un perfil vertical, la temperatura, el pH, el DO, y la conductancia específica, usando el instrumento multiparámetros. Cuando no es posible hacer un perfil de las mediciones en el terreno, estas mediciones deberán reportarse a una profundidad del agua de 30cm Cuando se muestran embalses, bahías o estuarios, y canales para barcazas o buques con 1,5m a 3m de profundidad, deberán registrarse mediciones a profundidades de: 30cm por debajo de la superficie, a la mitad de la profundidad, y 30cm por encima del fondo. Para las mismas masas de agua que están a más de 3m de profundidad, las mediciones deberán hacerse a 30cm por debajo de la superficie y a intervalos de 1,5m por debajo de la superficie. Si la distancia desde la última medición hasta el fondo es superior a 1,5m

tómese una medición a 30cm sobre el fondo. Si la distancia es igual o inferior a 1,5m, no tomar más mediciones. Si la profundidad total es de más de 18m en embalses, los intervalos podrán extenderse a 3m. Todos los intervalos deben ser iguales.

14.2. Temperatura

Las mediciones de la temperatura en el terreno deben incluir tanto las lecturas de temperatura del aire como del agua. Debido a una posible contaminación ambiental en caso de ruptura, no deberán utilizarse termómetros de mercurio. Las temperaturas en el terreno deberán determinarse usando un termistor. Un termistor es un dispositivo eléctrico hecho de un semiconductor sólido que tiene un alto coeficiente de resistividad a alta temperatura. La calibración del termistor deberá verificarse en el laboratorio o la oficina mediante un termómetro de la American Society for Testing and Materials (ASTM). Las lecturas de la temperatura del aire deben hacerse colocando un termistor seco en un área sombreada protegida contra vientos fuertes, pero abierta a una circulación adecuada de aire. Evitar áreas que pudieran tener calor radiante tal como cerca de paredes metálicas o lados de vehículos. Dejar que el termistor se equilibre 3 a 5 minutos antes de registrar la temperatura. Las temperaturas del agua deben representar la temperatura media de la corriente en el momento de la observación. Un perfil de sección transversal horizontal y vertical determinará la variabilidad, si la hubiere. Los perfiles de corrientes con temperatura altamente variable deberán tener varias lecturas promediadas para usarlas como la media y esas variaciones deberán documentarse. Las corrientes con temperaturas bastante uniforme (una variación inferior a 2 °C 95 por ciento del tiempo) en general tendrán una medición que puede hacerse y reportarse como la temperatura del caudal. En las corrientes vadeables, pararse de modo que se proyecte una sombra sobre el lugar seleccionado para medir la temperatura. Sostener el termistor por la parte superior y sumergirlo en el agua. Dejarlo estabilizarse durante 1 minuto, como mínimo y después leer y anotar la temperatura con aproximación al 0.1 °C más cercano, sin retirarlo del agua. Cuando la temperatura no puede medirse en la corriente, deberá medirse en el recipiente utilizado para tomar las muestras de agua. Cuando se mide la temperatura de un recipiente deben satisfacerse las siguientes condiciones:

- El envase debe ser suficientemente largo para permitir una inmersión total del termistor o de la sonda.
- El recipiente debe llevarse a la misma temperatura que el agua antes de llenarse.
- El termistor o la sonda debe colocarse en el recipiente inmediatamente, antes de que cambie la temperatura.
- El recipiente debe estar a resguardo de la luz solar directa y de brisas fuertes antes y durante la medición de temperatura.
- Dejar que el termistor o la sonda de pH se equilibre durante por lo menos un minuto antes de registrar la temperatura.
- Después de hacer estas mediciones, ésta agua deberá descartarse y deberá tomarse otra muestra de agua de las muestras de agua que se envían al laboratorio.
-

14.3. pH

Calibrar el sensor de pH de acuerdo con las instrucciones del fabricante. La función de pH deberá ser calibrada cada día de uso para instrumentos multiparámetros. Para detectar

cualquier desviación en la lectura del instrumento durante el transcurso de muestreo, a menudo se recomienda postcalibrar.

Método in situ

Preferiblemente, el pH se mide directamente en la corriente a la(s) profundidad(es) especificadas antes en esta sección. Dejar que la sonda de pH se equilibre durante por lo menos un minuto antes de registrar el pH con aproximación al 0.1 más cercano de la unidad estándar.

Método de submuestreo

Si no se puede medir el pH en la corriente, deberá medirse en el recipiente utilizado para tomar muestras de agua. Las precauciones que deben tomarse cuando se usa un recipiente para hacer mediciones de pH en el terreno son las mismas que las especificadas en la sección anterior Temperatura.

Si el valor del medidor de pH no se estabiliza en varios minutos, podría ocurrir desgasificación de dióxido de carbono o de anhídrido sulfuroso, o asentamiento de partículas de arcilla cargadas (Wells y colegas, 1990).

- Si se sospecha que la causa de la deriva del medidor el la desgasificación, tomar otra muestra de agua, sumergir la sonda de pH y leer el pH en 1 minuto.
- Si se sospecha que la causa de la deriva del medidor son partículas de arcilla suspendidas, dejar que la muestra se asiente durante 10 minutos, después leer el pH en la capa superior de la muestra sin menearla. Con cuidado, pH pueden medirse exactamente con aproximación al 0.1 de la unidad estándar más cercana.

14.4. Oxígeno Disuelto

El oxígeno disuelto (DO) es el que se encuentra libremente en el agua. El DO se puede medir ya sea por el método de titulación de Winkler o con un medidor de DO, preferiblemente instalado en la(s) profundidad(es). Consultar el manual de instrumento para los requisitos de calibración específicos.

Instrumento de sonda múltiple

Calibrar el sensor DO del instrumento multisondas. La sonda DO debe equilibrarse durante 90 segundos, como mínimo, antes de que DO se registre con aproximación al 0.1 mg/L más cercano. Deberá ejercerse cuidado en las estaciones perfiladoras para garantizar que la lectura sea estable para cada profundidad. Porque el DO lleva más tiempo que nada para estabilizarse, registrar este parámetro después de la temperatura, el pH y la conductancia específica. Si la sonda de DO tiene un agitador automático operable conectado, no será necesario menear manualmente la sonda de DO. Sin embargo, si la sonda no está equipada con un agitador automático, el meneo manual deberá ser mantenido levantando y bajando la sonda a una velocidad de 30cm sin agitar la superficie del agua. Si la velocidad de la corriente en el punto de muestreo es superior a 30cm, la membrana de la sonda podrá apuntarse corriente arriba en el flujo y podrá evitarse el meneo manual (Wells y otros, 1990). Para detectar cualquier desviación en las lecturas del instrumento durante el curso de muestreo, a menudo se recomienda la postcalibración.

Método de Titulación de Winkler

Si la sonda electrónica de DO es inoperable, el DO deberá medirse por la titulación de Winkler (Comisión de Conservación de los Recursos Naturales de Texas, 1997). El equipo de titulación de Winkler incluye:

- Dos botellas de 300-mL de demanda bioquímica de oxígeno (BOD) con tapones (se puede sustituir una matraz Erlenmeyer de 300-mL para la titulación).
- Un tomamuestras de alcantarilla.
- Almohadillas de sulfato manganoso en polvo.
- Almohadillas de reactivo alcalino-yoduro-azida en polvo.
- Almohadillas de ácido sulfámico en polvo.
- Pipetas de 10-mL; cilindro graduado de 200- ó 250-mL.
- 0.025*N* fenilarsineóxido (PAO) (reemplazar anualmente o según sea necesario en el equipo en el terreon).
- Solución de reactivo indicador de almidón estable. (La solución de almidón es estable durante un mes en las condiciones en el terreno. Deberá renovarse del stock, que es estable por un plazo máximo de un año en el refrigerador.)
- Tijeras o cuchilla para abrir almohadillas de compuestos en polvo.

Los siguientes pasos resumen el procedimiento de titulación de Winkler:

Se recoge una muestra para titulación colocando una botella de 300-mL BOD en un tomamuestras de alcantarilla y bajando la parte superior del tomamuestras hasta una profundidad de 30cm.
El tomamuestras de alcantarilla se llenará en 30 a 45 segundos.
El tomamuestras se llena con agua cuando deja de hacer burbujas.
El tomamuestras de alcantarilla no deberá retirarse hasta que se haya llenado completamente.
El muestrario deberá llevarse en posición vertical hasta que se retire la botella de BOD.
Retirar cuidadosamente la botella de BOD del tomamuestras de alcantarilla.
La botella deberá llenarse hasta el tope.
Verter suavemente los 3 a 4 ml de agua de arriba haciéndolos pasar por la boca ensanchada de la botella.
Agregar el contenido de una almohadilla de sulfato manganoso en polvo al frasco lleno. na alta concentración de DO.

Las muestras preparadas con la adición de ácido sulfámico se pueden almacenar durante 4 horas antes de completar la titulación de Winkler. Las muestras pueden guardarse por un máximo de 6 horas en la oscuridad si la botella está guardada a la temperatura de recolección o está sellado por agua poniendo agua alrededor del labi, y dejándola a una temperatura de 10 a 20°C (American Public Health Association, 1995).

14.5. Conductancia Específica

Preferiblemente, la conductancia específica se mide directamente en la corriente a la(s) profundidad(es) especificada(s). Calibrar el medidor de conductividad en el laboratorio o en el terreno según lo indicado por las directrices de los organismos. Se requieren normas de conductancia conocidas para calibrar los instrumentos de múltiples sondas. Las normas de conductancia deben ser suficientemente altas como para abarcar las conductancias previstas para la corriente. Esto puede obtenerse de datos históricos o del conocimiento general de una zona. Dejar que la sonda de conductividad se equilibre

durante un minuto como mínimo antes de registrar la conductancia específica en tres cifras significativas (si el valor sobrepasa 100). El principal problema físico al usar un medidor de conductancia específica es que quede aire atrapado en las cámaras de la sonda de conductividad, lo que se indica por valores de conductancia específica inestables que fluctúan hasta 100 µS/cm. El problema de atrapar aire puede minimizarse colocando lenta y cuidadosamente la sonda en el agua; cuando la sonda está completamente sumergida, desplazarla por el agua rápidamente para liberar las burbujas de aire que tenga. Para detectar cualquier desviación en la lectura del insrumento durante el transcurso de muestreo, a menudo se recomienda postcalibrar.

Si no es posible medir la conductancia específica en la corriente, se la deberá medir en el recipiente utilizado para tomar muestras de agua observando las precauciones indicadas en la sección Temperatura.

14.6. Bacterias Fecales Indicadoras

Las bacterias fecales indicadoras se usan para evaluar la calidad del agua debido a que normalmente no causan enfermedad pero están correlacionadas con la presencia de varios organismos que transmiten enfermedades a través del agua (patógenos). La concentración de bacterias indicadoras (el término"bacteria indicadora" se usa como sinónimo de bacterias fecales indicadoras en este documento) es una medida de la seguridad del agua en situaciones de contacto recreativo o para consumo. La identificación y enumeración de bacteria indicadora mide la calidad sanitaria del agua.

Para recoger muestras de bacterias indicadoras en corrientes, sumergir el recipiente de la muestra (estéril, sin enjuagar) hasta una profundidad de alrededor de 4 pulgadas con el extremo abierto frente a corriente arriba. Empujar la boca del recipiente corriente arriba a esta profundidad hasta que se llene el recipiente. La boca del recipiente deberá estar en todo momento corriente arriba del colector de la muestra, aparato tomamuestras y sedimentos perturbados. Dejar suficiente holgura (5 a 10 mL) en la parte superior del envase de la muestra para facilitar la mezcla de la muestra cuando se agita inmediatamente antes de la filtración. Las muestras bacteriológicas deben tomarse en los mismos lugares donde se toman las mediciones en el terreno y donde se recogen las muestras de la calidad del agua.

Usar siempre un recipiente estéril, tal como una bolsa nueva Whirpak o un frasco de plástico o de vidrio para tomar la muestra y enfriar inmediatamente las muestras en un arcón de hielo o refrigerador a 1 a 4 °C. No congelar las muestras. Comenzar los análisis lo antes posible, preferiblemente en un plazo de una hora pero no más de 6 horas después de tomar las muestras, para minimizar cambios de densidad en las bacterias indicadoras

i. GLOSARIO

Agua entera (A) - Pertinente a los componentes de una solución después de digerir una muestra representativa sin filtrar de sedimentos en suspensión en el agua (generalmente mediante una solución ácida diluída). A menudo no se puede lograr una disolución completa de materia particulada por el tratamiento de digestión y por tanto la determinación representa algo menos de la cantidad "total" (es decir, menos del 95 por ciento) del componente presente en las fases disuelta y en suspensión de la muestra. Para determinaciones inorgánicas, las digestiones se realizan en el recipiente original de

la muestra para garantizar la digestión del material absorbido en las paredes del recipiente. Para lograr la comparabilidad de los datos analíticos, se necesitarían procedimientos de digestión equivalentes de todos los laboratorios que realizan dichos análisis debido a que los procedimientos de digestión diferentes producirán resultados analíticos diferentes.

Alcalinidad - La capacidad ácidoneutralizante de una solución. La alcalinidad indica la cantidad de cambio que ocurrirá en el pH con la adición de cantidades moderadas de ácido. Debido a que la alcalinidad de la mayoría de las aguas naturales está compuesta casi íntegramente de iones de bicarbonato y de carbonato, las determinaciones de alcalinidad pueden dar estimaciones exactas de las concentraciones de estos iones. Los iones de bicarbonato y de carbonato son algunos de los iones dominantes presentes en las aguas naturales; por lo tanto, las mediciones de alcalinidad proporcionan información sobre las relaciones de los iones principales y la evolución de la química del agua.

Ambiente - Las condiciones naturales que pueden esperarse en las aguas no afectadas o no influenciadas por las actividades humanas.

Analizando (analizando objetivo) - “Las substancias que se determinan en un análisis” (Bennett, 1986). El término “analizando objetivo” se usa en este reporte para referirse a cualquier substancia química o biológica para la que se determinen concentraciones en una muestra. El analizando objetivo no incluye parámetros medidos en el terreno tales como temperatura, pH, concentraciones de DO o conductividad.

Calidad de los datos - Se refiere a las propiedades de la medición, tales como precisión, desviación, límite de detección y otras medidas pertinentes.

Carga - La masa de un material que ingresa en un sistema en un cierto período de tiempo (libras por día, kilogramos por día).

Centroide (cuando se usa para designar un caso especial de ubicación de muestreo de flujo para el método IDI) - La vertical en el incremento en que la descarga es igual a ambos lados de la vertical.

Centroide (de toda la sección transversal) del flujo -La vertical en la sección transversal de la corriente en que la descarga es igual a ambos lados.

Cloruro (Cl) - uno de los siete iones principales en la mayoría de las aguas naturales; elemento que se disuelve de los materiales rocosos. Lo siguiente contribuye a incrementar los niveles de cloruro: aridez, drenaje de retorno de la irrigación, alcantarillado, drenaje de pozos de petróleo, salinas y desechos industriales. Los niveles más altos de cloruro intensifican los efectos corrosivos del agua; combinado con sodio, produce un sabor salado.

Componente - Una parte esencial: componente, elemento. Sirve para formar, componer o constituir una unidad o un entero.

Compuestos orgánicos semivolátiles (COSV) - un grupo de compuestos orgánicos sintéticos que son extractables por disolventes y pueden determinarse mediante cromatografía de gas/espectrometría de masa. Los COSV incluyen fenoles, ftalatos e hicrocarbonos aromáticos policíclicos (HAP).

Compuestos orgánicos volátiles (COV) - Un compuesto que tiene alta presión de vapor y baja solubilidad en agua. Los compuestos orgánicos volátiles son generalmente los solventes industriales, componentes de productos de petróleo combustible , o subproductos de tratamientos de cloración en el agua.

Conductancia específica - Una medida de la capacidad del agua para conducir una corriente eléctrica. La medida se usa como sustituto de la cantidad de sólidos disueltos o el contenido de sal en el agua.

Conductividad - Véase conductancia específica.

Contacto de recreación - Actividades de recreación que involucran un riesgo considerable de ingestión de agua, incluídos vados de niños, natación, esquí acuático, buceo y surfing.

Contaminación (del agua) - Cambio de la composición del agua ambiente por la adición de substancias biológicas o químicas como consecuencia de la actividad humana o de procesos naturales. La adición de dichas substancias puede ser perjudicial para la calidad del recurso acuático.

Control de Calidad (CC) - Un sistema de actividades (tales como la toma de muestras en blanco o duplicadas cuyo fin es controlar la calidad de los datos medioambientales generando un conjunto de datos que se utilizarán para estimar la magnitud de la desviación y la variabilidad que resultase de los procedimientos utilizados para obtener los datos.

Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) - Una medida de la cantidad de oxígeno consumida por procesos biológicos de la descomposición de la materia orgánica.

Demanda química de oxígeno (DQO) - una medida del oxígeno requerido para oxidar todos los compuestos del agua, tanto orgánicos como inorgánicos.

Desviación - Error sistemático inherente a un método o causado por algún artefacto o idiosincrasia del sistema de medición. El error puede ser positivo (indicación de contaminación) o negativo (indicación de pérdida de concentración de analizandos) (Taylor, 1987).

Disuelto (D) - Se refiere a componentes que existen en una solución química verdadera en una muestra de agua; como definición operacional conveniente usada por las entidades que toman datos de agua, el término “disuelto” se usa comúnmente para referir los componentes en una muestra pasada por un filtro de 0.45 micrómetros para análisis de materias inorgánicas o por un filtro de fibra de vidrio de 0.7-micrómetros para análisis de materias orgánicas.

Efluente - algo que fluye; o material de desecho (como humo, líquido industrial de deshecho, o aguas hervidas) que es descargado en el medio ambiente, especialmente como un contaminante.

Estuario - Regiones de interacción entre ríos y aguas oceánicas cercanas a la costa donde la acción de las mareas y el flujo de los ríos crea una mezcla de agua dulce y agua salada. Estas áreas pueden incluir bahías, bocas de ríos, marismas y lagunas. Estos ecosistemas de aguas salobres protegen y alimentan la vida marina, aves y fauna.

Exactitud - El grado de concordancia de un valor medido con el valor verdadero o previsto de la cantidad involucrada (Taylor, 1987). El concepto de exactitud incluye tanto la desviación como la precisión.

Filtrado - Pertinente a los componentes de una muestra de agua pasada por una membrana de filtro de un diámetro de poro especificado, más comúnmente de 0.45 micrómetros o menos para analizandos inorgánicos y de 0.7 micrómetros para analizandos orgánicos.

Garantía de Calidad (GC) - Un sistema de protocolos y procedimientos implementado (tales como el muestreo en el lugar correcto y (o) el tiempo del uso de los equipos y las técnicas correctas) para satisfacer las normas previstas e calidad necesarias para cumplir los objetivos del estudio y controlar los componentes inmensurables de un estudio.

Integración en profundidad - Un método de muestreo en cada punto a través de una profundidad dada (la profundidad muestreada) según el cual la mezcla de agua-sedimentos se toma isocinéticamente de modo que la contribución de cada punto sea proporcional a la velocidad de flujo en el punto. Este proceso produce una muestra que tiene propiedades que son ponderadas en función de la descarga en la profundidad muestreada. (American Society for Testing and Materials, 1990).

Ion - Un átomo o grupo de átomos que lleva una carga eléctrica positiva o negativa como consecuencia de haber perdido o ganado uno o más electrones.

Límite de detección del método (LDM) - La concentración mínima de una substancia que puede identificarse, medirse y reportarse con una confianza del 99 por ciento de que la concentración del analizando es mayor de cero; determinado en base al análisis de una muestra en una matriz dada que contenga al analizando.

Manos limpias/manos sucias (ML/MS) - una práctica de campo que requiere dos personas para obtener y procesar muestras de la calidad del agua para reducir la contaminación a nivel de partes por mil millones Se designa una persona de muestreo como manos limpias y la otra como manos sucias. Manos limpias manipula solamente el equipo que toca la muestra de agua y manos sucias manipula todos los equipos que pudieran ser una fuente de contaminación. Ambas personas están equipadas con múltiples capas de guantes de látex que pueden quitarse en varias etapas durante el muestreo y el procesamiento de las muestras.

Metales - cualquiera de una clase de elementos químicos que tenga un lustre y pueda conducir calor y electricidad. En la calidad del agua, estos elementos (en concentraciones suficientemente altas) pueden considerarse tóxicos. Ejemplos comunes incluyen cobre, cromo, mercurio, plomo y zinc.

Muestra compuesta - muestra de agua tomada de diferentes lugares de una sección transversal de un flujo.

Muestreo isocinético - recolección de una muestra de tal modo que la mezcla de agua-sedimento se desplace sin cambio de velocidad al dejar el flujo ambiente e ingresar en la entrada del tomamuestras. (American Society for Testing and Materials, 1990).

Nivel de reporte mínimo(NRM) - La concentración medida más pequeña de un componente que puede reportarse confiablemente aplicando un método analítico dado.

En muchos casos, el NRM se usa cuando no se tiene acceso a la documentación sobre el límite de detección del método.

Nivel máximo de contaminante (NMC) - El nivel máximo permisible de un contaminante en agua suministrado a cualquier usuario de un sistema de agua pública. Los niveles máximos de contaminantes son normas que se hacen cumplir por ley.

Normalidad, *N* (equivalentes/L) - El número de equivalentes de ácido, base o especies activas de redox por litro de solución. Ejemplo: una solución que es 0.01 *F* en HCl es 0.01 *N* en H^+.

Nutrientes - elementos o compuestos que son esenciales para el crecimiento animal y vegetal. El término se aplica generalmente al nitrógeno y al fósforo en las aguas de desecho pero también se aplica a otros elementos esenciales y oligoelementos

Orgánicas - término abreviado que se usa para designar substancias químicas orgánicas artificiales fabricadas principalmente con carbono, hidrógeno y oxígeno. Los ejemplos comunes incluyen pesticidas, solventes tales como metanol y acetona y bifenilos policlorinados (PCB). Los PCB son compuestos químicos que a menudo se usan como enfriadores o aislantes en transformadores eléctricos.

Organocloros - compuestos orgánicos sintéticos que contienen cloro. Un término que se usa generalmente para designar compuestos que contienen carbono, hidrógeno y cloro. Los ejemplos incluyen DDT, clordano y lindano; PCBs y algunos solventes que contienen cloro.

Oxígeno disuelto (OD) - el oxígeno disponible libremente en el agua. Oxígeno disuelto adecuado que es necesario para la vida de peces y otros organismos acuáticos. Aproximadamente 3 a 5 mg/L o ppm es el límite más bajo para sustentar la vida de los peces durante un período de tiempo prolongado.

pH - Representa el logaritmo negativo en base 10 de la actividad de los iones de hidrógeno de solución en moles por litro, una medida de la acidez (pH inferior a 7) o de la alcalinidad (pH mayor de 7) de una solución.

Precisión - El grado de característica de concordancia mutua de las mediciones independientes como consecuencia de una aplicación repetida de los procesos en las condiciones especificadas (Taylor, 1987).

Procedimientos de muestreo limpio - protocolos de muestreo utilizados cuando se analizan muestras a nivel de partes por mil millones.

Requisitos de calidad de los datos - El subconjunto de objetivos de calidad de los datos pertinente específicamente al nivel de detección analítica para concentraciones de analizandos objetivo y la variabilidad o los márgenes de error permisibles para cumplir los objetivos científicos del estudio.

Sedimento - Material sólido que se origina sobre todo de rocas desintegradas y es transportado, suspendido o depositado por el agua. Material sólido incluye precipitados químicos y bioquímicos y sedimentos orgánicos descompuestos que son influenciados por factores medioambientales tales como el grado de pendiente de la cuenta, la longitud de

la pendiente, las características del suelo, el uso de la tierra y la cantidad e intensidad de las precipitaciones.

Sólidos totales disueltos (STD) - una medida de los materiales disueltos en el agua que indica salinidad. Para muchos fines, la concentración de STD constituye una limitación importante en el uso del agua.

Sulfato (SO_4) - un forma de azufre; uno de siete iones mayores en la mayoría de las aguas naturales.

Total - Pertinente a los componentes en una muestra no filtrada, representativa de sedimentos suspendidos en agua. Este término se emplea solamente cuando el procedimiento analítico garantiza una medición del 95 por ciento, como mínimo, del componente presente tanto en la fase disuelta como en suspensión de la muestra. Se requiere conocimiento de la forma prevista del componente en la muestra, así como la metodología analítica utilizada, para determinar cuándo deben reportarse los resultados como "total."

Toxicidad - el grado de riesgo contra la salud (causante de muerte, enfermedad o defectos de nacimiento) para los organismos vivos.

Tránsito - el desplazamiento del tomamuestras desde la superficie del agua hasta el lecho del flujo o desde el lecho hasta la superficie de agua.

Transparencia del disco de Secchi - un método de medición (en metros) de la turbidez de una masa de agua promediando las profundidades debajo de la superficie en que desaparece de la vista un disco de Secchi cuando se lo baja y en que reaparece cuando se lo sube.

Turbidez - la medida del efecto de dispersión que tienen los sólidos en suspensión sobre la luz; cuanto más alta es la intensidad de la luz dispersada, tanto mayor es la turbidez.

Variabilidad - Error al azar en mediciones independientes como resultado de la aplicación repetida del proceso en condiciones específicas.

Vertical - Una línea vertical de observación dentro de un incremento desde la superficie del agua hasta el lecho de la corriente.

1.1.2 REFERENCIAS

http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/prepare.html#fig3---(muestreo)
http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/collect.html#quality
ht http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/prepare.html#fieldtp://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/appendixA.html
http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/appendixB.html
http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/appendixC.html
http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/appendixE.html
http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/reference.html
http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/intro.html
http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/plan.html
http://water.usgs.gov/pubs/of/ofr00-213/manual_sp/appendixF.html

http://www.cepis.ops-oms.org/eswww/fulltext/publica/orimuest/ommad.html#omncap51

1.1.3 ANEXO DE TABLAS

Tabla 1. Objetivos de calidad de datos asociados con objetivos de información de datos para incidencia de componentes			
[D, disuelto; W, agua entera (incluye componentes disueltos y sedimentos suspendidos); TMDL, carga diaria máxima total; SS, total de sedimentos supendidos, COSV, orgánica compuesta semivolátiles]			
Grupo de componentes	Objetivos de datos-información	Fase o incidencia de componente	Objetivo de calidad de los datos (tabla 2)
Principales iones inorgánicos/comunes (incluído el total de sólidos disueltos y la conductancia específica)	PDWS[1], SWQS[2] Tendencias	D, W	II o IV
Demanda de nutrientes y de oxígeno bioquímico	G[3], carga (TMDL)	W	I
	Tendencias	D, W	II o IV
Oligoelementos y otros elementos menores	PDWS[1]	W	II, III, IV, o V
	AL[4], HH[5]	D	III o V
	Carga	W o D y SS	IV, V, SS personalizado
COSV	AL[4], carga, HH[5]	W o SS	V o SS personalizado
Pesticidas solubles	PDWS[1], AL[4], HH[5]	D	III o V
	Carga	D	V
Bacterias	G[3]	W	I
	PDWS[1], CR[6]	W	II o IV
Parámetros de campo (temperatura, pH, alcalinidad, y oxígeno disuelto)	G[3]	W	I
	SWQS[2], AL[4]	W	II
Organocloros	AL[4], carga, HH[5]	W or SS	V o SS personalizado
Sedimento suspendido	Carga, AL[4]	W o SS	IV
Toxicidad	AL[4], SWQS[2], G[3]	W	II o IV

Normas para el agua potable.

1. Normas para la calidad del agua de superficie.
2. Detección/selección en bruto.

3. Protección de la vida acuática.
4. Protección de la salud humana.
5. Para uso de recreación por contacto.

Tabla 2. Objetivos de calidad de los datos

No.	Objetivo de calidad de los datos (DQO)	Métodos de muestreo		Beneficios y limitaciones
		Nivel de precisión/ exactitud	Tipo de muestra	
I.	Detección de bajo nivel en un punto de un río/arroyo/lago/embalse	Cualitativo	Muestreo tomado al azar	Muy costoso; tiempo real; uso regulador limitado; bajo potencial de contaminación ambiental; requiere las medidas de control de calidad más rigurosas
II.	Detección en un punto de un río/arroyo/lago/embalse	ppm[1]	Muestreo tomado al azar	Menos costoso que OCD III, IV, y V; alto potencial de contaminación ambiental; aplicable para fase de disueltos y bacterias en sitios bien combinados; requiere medidas más rigurosas de control de calidad que OCD I pero menos rigurosas que OCD III, IV, y V
III.	Detección de bajo nivel en un punto de un río/arroyo/lago/embalse	ppb[2]	Muestreo tomado al azar	Más costoso que OCD I y II; bajo potencial de contaminación ambiental; aplicable para fase de disueltos y bacterias y sitios bien combinados; requiere medidas de control de calidad más rigurosas que OCD I, II, y IV
IV.	Detección en una sección transversal representativa de un río/arroyo/lago[3]/embalse[3]	ppm[1]	Sección transversal[4]	Más costoso que OCD I, II, y III; alto potencial de contaminación ambiental; aplicable para cualquier fase y bacterias en cualquier sitio; requiere medidas de control de calidad más rigurosas que para OCD I y II pero menos rigurosas que OCD III y V
V.	Detección de bajo nivel en una sección transversal representativa de un río/arrojo/lago[3]/embalse[3]	ppb[2]	Sección transversal	Más costoso; bajo potencial de contaminación ambiental; aplicable para cualquier fase y bacterias en cualquier sitio; requiere las medidas de control de calidad rigurosas

La exactitud de partes por millón es equivalente a miligramos por litro.

La exactitud de partes por mil millones es equivalente a microgramos por litro.

Deben obtenerse muestras representativas de lago o embalse recogiendo muestras integradas en profundidad con un tomamuestras de tanque o de bomba.

El término sección transversal, como se usa en este manual, denota una muestra integrada en profundidad compuesta de varias secciones transversales del canal de flujo.

Tabla 3. Resumen de métodos de muestreo y requisitos de conservación, almacenamiento y manejo

[mL, mililitro; L, litro; °C, grados Celsius; conc., concentrado; <, menor que; >, mayor que; g, gramo; SAF, sulfato de amonio ferroso; µm, micrómetro; ML/MS, manos limpias/manos sucias; ft, pie; OVC, orgánicas volátiles compuestas; BTEX, benceno, tolueno, etilbenceno, xilenos; qt, cuarto; ADI, agua desionizada]

Propiedad o componente	Recipiente(s)	Muestra volumen (mL)	Preservación	Tiempo máximo de retención	Procedimiento(s)
Muestra de Agua					
Muestra de agua de rutina (3 recipientes: 2 sin preservativos, 1 preservado con H_2SO_4)					
Alcalinidad	Plástico o vidrio de 1 cuarto o 1-L	100	Enfriar hasta 4 °C, oscuro	14 días	Rotular los frascos con el número de identificación del sitio, el nombre de la estación, la fecha, la hora y el código de designación de la muestra. Poner una X sobre la tapa del recipiente para identificar la muestra acidificada. No es necesario preenjuagar los recipientes con agua ambiente. Llenar cada recipiente con agua ambiente sumergiéndolo aproximadamente un pie por
Total de sedimento suspendido, sedimento suspendido	do.	400	do.	7 días	
Cloro (Cl^-)	do.	100	do.	28 días	
Sulfato (SO_4^{2-})	do.	100	do.	28 días	
Orthophosphate phosphorus (PO_4-P)	do.	150	do.	Filtrar LAP*; 48 horas hasta el análisis	
Nitrato + Nitrito ($NO_2 + NO_3$)**	do.	150	do.	28 días	

Amoníaco (NH_3)	do.	150	1 a 2 mL conc. H_2SO_4 a pH <2 y enfriar hasta 4 °C, oscuro	28 días	debajo de la superficie en medio de la corriente hasta que se llene. Poner inmediatamente la muestra sobre hielo. Acidificar el recipiente X lo antes posible. Poner sobre hielo y despachar lo antes posible. * Es preferible que las muestras se filtren en el terreno o en el laboratorio lo antes posible ** Si los nitratos y nitritos se analizan por cromatografía iónica, no se necesitará la acidificación. Para otros métodos de análisis, preservar con H_2SO_4 a pH <2 por un tiempo de retención de 28 días. *** En Métodos Estándar, debería filtrar las muestras lo antes posible y los filtros pueden almacenarse congelados por 21 a 30 días. Otras autoridades dicen filtrar las muestras y que pueden almacenarse por tiempo indefinido.
Fósforo total	do.	150	do.	28 días	
Carbono orgánico total	do.	100	do.	28 días	
Clorofila *a*	Plástico o vidrio marrón de un cuarto o 1-L	1,000	Enfriar hasta 4 °C, oscuro	Filtrar dentro de las 48 horas	
Feofitina *a*				Los filtros pueden almacenarse con-gelados por 30 días***	
Nitrito	do.	50	Enfriar hasta 4 °C, oscuro	48 horas	
Disuelto de Sólidos total	do.	250	Enfriar hasta 4 °C, oscuro	7 días	
Dureza	Plástico o vidrio de un cuarto o 1-L	250	Sin filtrar, enfriar hasta 4 °C, oscuro, O Filtrado 2 mL conc. H_2SO_4 o HNO_3 hasta pH <2; Enfriar hasta 4 °C, oscuro	48 horas 6 meses	

Muestra de agua al azar					
Aceite y grasa	Bote de vidrio con tapa revestida de Teflon™-enjuagado con hexano o cloruro de metileno.	1,000	2 mL conc. H_2SO_4 a pH<2; Enfriar hasta 4 °C, oscuro	28 días	
Fenoles	Bote de vidrio con tapa revestida de Teflon™	1,000	2 mL conc. H_2SO_4 a pH<2; Enfriar hasta 4 °C, oscuro	28 días	
Cianuro	Un cuarto o 1-L de plástico	1,000	2 mL 1:1 NaOH agregado a pH >12; 0.6 g de ácido ascórbico si se encuentra cloro residual. Enfriar hasta 4 °C, oscuro	14 días	
Demanda bioquímica de oxígeno	Galón de plástico	>4,000	Enfriar hasta 4 °C, oscuro; agregar 1 g de cristales de SAF por litro si se encuentra cloro residual	48 horas	
Demanda química de oxígeno	Un cuarto o 1L de plástico	110	2 mL conc. H_2SO_4 a pH <2; Enfriar hasta 4 °C, oscuro	28 días	

Metales en agua					
Disuelto (excepto Hg)	Botella de plástico de un cuarto limpiada con HNO_3	1,000	Filtrar en el sitio del muestreo con un filtro en línea de 0.45 micrones en un recipiente preacidificado de HNO_3 ultra puro a pH <2	6 meses	Metales disueltos (incluye cromo hexavalente) Ponerse guantes de látex sin polvo usando la técnica de Manos Limpias/Manos Sucias: Montar la bomba, la tubería y el filtro. Sumergir la tubería de entrada directamente 1 pie y bombear aproximadamente 500 mL de agua ambiente para purgar la tubería y el filtro. Llenar el recipiente prellenado y preacidificado con 600-1,000 mL de filtrado dejando un poco de espacio en la parte superior. Total metales Ponerse guantes de látex sin polvo usando la técnica de Manos Limpias/Manos Sucias: Montar la bomba y la tubería sin el filtro. Sumergir la tubería de entrada directamente 1 pie y bombear aproximadamente mL de agua
Mercurio disuelto	do.	1,000	Filtrar en el sitio de la muestra con un filtro en línea de 0.45 micrones en un recipiente preacidificado de HNO_3 ultra puro a pH <2	28 días	
Total (excepto Hg)	do.	1,000	Recipiente preacidificado con 5 mL de HNO_3 ultra puro a pH <2	6 meses	
Total mercurio (Hg)	do.	600	Recipiente preacidificado con 5 mL de HNO_3 ultra puro a pH <2	28 días	

Cromio hexavalente (filtrado)	Plástico o vidrio	600	Enfriar hasta 4 °C, oscuro	24 horas; debe notificar al laboratorio por adelantado	ambiente para purgar la tubería y el filtro. Llenar el recipiente prellenado y preacidificado con 600-1,000 mL de filtrado dejando un poco de espacio en la parte superior.
Materias Orgánicas/Pesticidas en el Agua					
Orgánicas volátiles Compuestas (OVC)	Dos viales de VOA de 40-mL	80	Enfriar hasta 4 °C, oscuro; o 2 a 4 gotas de HCl a pH < 2, enfriar hasta 4 °C, oscuro para BTEX	14 días	
Materias Orgánicas Pesticidas y herbicidas Pesticidas Organofosforosos Pesticidas Organoclorados Herbicidas Clorados	Bote de vidrio de 1 qt con tapa revestida de Teflon™ por tipo de muestra; debe estar pre-enjuagado con hexano, acetona o cloruro de metileno	1,000 Cada tipo de muestra requiere 1,000 mL en un recipiente separado	Enfriar hasta 4 °C, oscuro Si hay presencia de cloro, agregar 0.1 gramo de tiosulfato de sodio	7 días hasta la extracción	Rotular cada recipiente antes de tomar con número de etiqueta/número único identificador de la muestra, Localización de la Estación, Fecha, y “ORGANICAS-Pesticidas Organofosforosos o Pesticidas Organoclorados, o Herbicidas Clorados” o “SEMIVOLÁTILES” (dependiendo del tipo de muestra). Llenar el bote de un cuarto hasta el tope. Poner en la oscuridad y sobre hielo.

Orgánicas semivolátiles					
Muestras Biológicas					
Toxicidad en el agua	Dos de 1-gal de vidrio o de plástico	8,000	Enfriar hasta 4 °C, oscuro	7 días	Rotular cada recipiente antes de tomar con el número de localización de la Estación, fecha, y tipo de muestra.M Jalar recipientes para abrir. No es necesario preenjuagar el recipiente con agua ambiente. Sumergír cada recipiente aproximada mente une pie por debajo de la superficie en medio de la corriente hasta que se llene. Poner inmediatamente la muestra sobre hielo y despachar lo antes posible.
Muestras de Garantía de Calidad					
Duplicados de Campo					
Representa la variabilidad introducida durante el muestreo, la preservación y la manipulación. Una de cada 10 muestras recolecciónes o en base al 10 por ciento. Tomar dos juegos de muestras de agua de rutina en el mismo lugar, en forma consecutiva, usando los mismos métodos. Las muestras son manipuladas, almacenadas, despachadas y analizadas siguiendo procedimientos idénticos. Esto se aplica a todos los casos de procedimientos de rutina para tomar agua de superficie, incluidas muestras tomadas al azar, muestras tomadas al azar en cubetas desde puentes, bombas y otros aparatos de muestreo de aguas o sedimentos. Cada juego de muestras tiene un número de etiqueta separado. Presentar ambos juegos de muestras de agua al mismo laboratorio para análisis; ROTULAR la etiqueta RFA como DUPLICADO.					

Blancos de Viaje
Se presenta un juego de muestras de ADI para muestras orgánicas volátiles solamente. Se preparan blancos de ADI en el laboratorio, se transportan al terreno y se preservan (conforme a las instrucciones) junto con las demás muestras. El blanco de viaje demuestra que la manipulación de los recipientes y de la muestra no introdujo contaminación.
Blancos Metálicos
Metales Disueltos
Para evaluar la contaminación de muestras de metales disueltos en el agua, se presentan BLANCOS DE CAMPO al laboratorio por cada viaje de muestreo. Los blancos se recogen en la última estación de un viaje de muestreo o día de muestreo. El ADI se obtiene del laboratorio. Se presentará como muestra en blanco 1,000 mL de ADI sin metales que se ha extraído a través de un nuevo filtro. Purgar el tubo con a, mL de ADI libre de metales. Se seguirá el procedimiento de rutina descrito para tomar el total de metales en el agua. Rotular el recipiente con BLANCO DE METALES DISUELTOS y un número de etiqueta de muestra separado (se usa la misma etiqueta RFA para muestras de metales disueltos y metales en agua); ROTULAR la etiqueta RFA como BLANCO.
Total Metales
Para evaluar la contaminación de las muestras totales de metales en el agua, se presentan al laboratorio BLANCOS DE CAMPO por cada viaje de muestreo. Los blancos se recogen en la última estación de un viaje de muestreo o día de muestreo. Se presentará como muestra en blanco 1,000 mL de ADI libre de metales que se ha hecho pasar por un tubo limpio. Purgar el tubo con 500 a 1,000 mL de ADI libre de metales. Se seguirá el procedimiento de rutina descrito para tomar el total de metales en el agua.

Rotular el recipiente con BLANCO DE TOTAL METALES y el número de etiqueta de la muestra (se usa la misma etiqueta RFA para muestras con metales disueltos y total de metales en el agua); ROTULAR la etiqueta RFA como BLANCO.

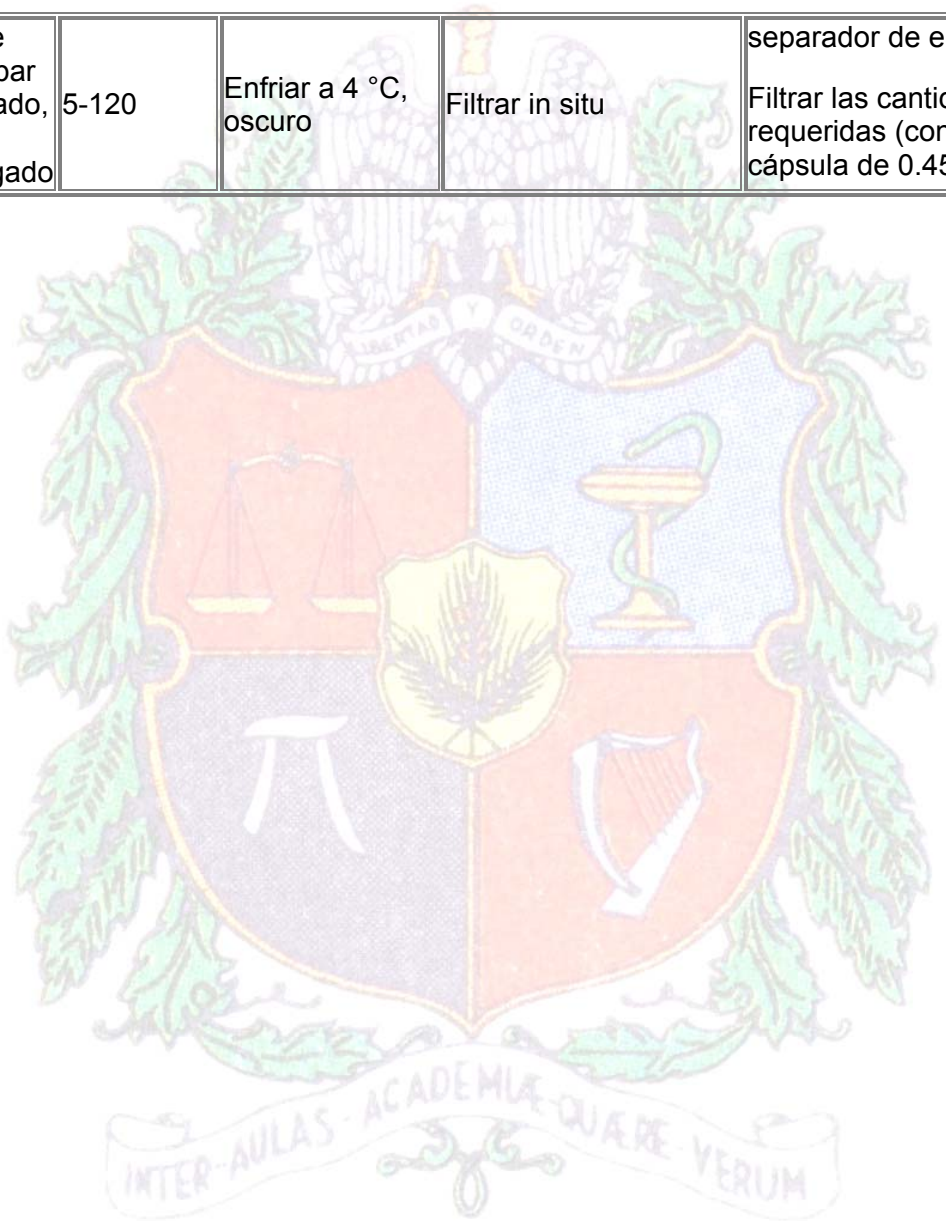
Tabla 4. Resumen de métodos de muestreo transversal integrado en profundidad y requisitos de conservación, almacenamiento y manejo

[mL, mililitro; °C, grados Celsius ppmm, partes por mil millones; N, normalidad; ML/MS, manos limpias/manos sucias; ADI, agua desionizada IPI, incremento de profundidad igual; EAI, incremento de anchos iguales; ss, sedimento suspendido; mg/L, miligramo por litro; µm, micrómetro; mm, milímetro; COD/COS, carbono orgánico disuelto/carbono orgánico suspendido; <, menor que; >, mayor que; DBO, demanda bioquímica de oxígeno; g, gramo; SAF, sulfato de amoníaco ferroso; cm, centímetro]

Propiedad o componente	Recipiente(s)	Muestra volumen (mL)	Preservación	Tiempo máximo de retención	Procedimiento(s)
Muestras de Agua					
Muestras de agua de rutina (los volúmenes de muestra integrada en profundidad par materias inorgánicas y COD/COS están combinados en el dispositivo separador)					
Conductancia específica, pH, turbidez	Los volúmenes de muestras no filtradas para frascos se expenden de separadores dinámicos o de embudo	250	Sin preservativos/no es necesario enfriar	6 meses	Antes de iniciar las recolecciónes en el terreno, se lava todo el equipo en la oficina o el laboratorio, siguiendo los protocolos ultra limpios/ppmm/ML/MS indicados de este manual. Rotular los frascos con el

Alcalinidad, fluoruro, cloruro, sulfato, vanadio	Los volúmenes de muestras filtradas se bombean del dispositivo separador a través del filtro de cápsula	500	do.	6 meses	número de identificación del sitio, el nombre de la estación, la fecha, la hora y el código de designación de la muestra. Enjuagar todos los frascos de muestras inorgánicas tres veces con ADI y después llenarlos hasta la mitad con ADI para transportarlos al terreno. Enjuagar todo el equipo de muestreo y los dispositivos de separación completamente tres veces con agua nativa antes de tomar la primera muestra. Tomar el volumen requerido de agua por los métodos correspondientes (sección transversal (IDI/IAI) centroide del flujo) empleando las técnicas de ML/MS. Combinar muestras integradas en profundidad en el separador dinámico o separador de embudo. Para corrientes donde las concentraciones de SS son de 2,000 mg/L o mayores, se recomienda el
Ortofosfato fosforoso (PO_4-P)	Volúmenes de muestra filtrados expendidos a través del filtro de cápsula en un frasco de polietileno marrón	125	Enfriar a 4 °C, oscuro	Enviar inmediatamente al laboratorio para análisis. 48 horas	
Nitrato + Nitrato (NO_2 + NO_3)	do.		do.	28 días	
Amoníaco (NH_3) + N orgánico	do.		do.	28 días	
Nitrito (NO_2)	do.		do.	48 horas	
Amoníaco (NH_3) + fósforo total *N* orgánico	Volúmenes de muestra sin filtrar expendidos del separados	120	1 mL 4.5*N* H_2SO_4 and Enfriar a 4 °C, oscuro	Enviar inmediata-mente al laboratorio para análisis. 28 días	

COD, carbono orgánico disuelto	Frasco de vidrio ámbar prehorneado, no preenjuagado	5-120	Enfriar a 4 °C, oscuro	Filtrar in situ	separador de embudo. Filtrar las cantidadess requeridas (con un filtro de cápsula de 0.45 µm



COS, carbono orgánico suspendido	do.	10-250*	do.	Los filtros pueden almacenarse congelados 30 días	preacondicionado con 1 litro de ADI) para oligoelementos disueltos, nutrientes, iones grandes y alcalinidad. Colocar la muestra sobre hielo inmediatamente. Enviar lo antes posible. La muestra de COS/COD es filtrada en una unidad de barril filtrador de acero inoxidable usando un filtro de plata de 47 mm de diámetro preacondicionado con ADI exenta de materias orgánicas. *Los volúmenes de COS filtrado varían con la concentración de sedimentos en suspensión, como sigue: sedimentos en suspensión (ss) <30 mg/L-filtro 250 mL; ss 30-300 mg/L-filtro 100 mL; ss 300 a 1,000 mg/L-filtro 30 mL; y ss >2,000 mg/L-filtro 10 mL. Retirar cuidadosamente el filtro de plata de COS, doblarlo por la mitad con los sedimentos adentro y colocarlo en un disco de Petri de plástico, anotar el volumen del filtrado sobre el disco y colocarlo en una bolsa de plástico cerrable.

Muestra de agua al azar					
Demanda bioquímica de oxígeno (DBO)	Botella de DBO con tapón	300	Enfriar hasta 4 °C, oscuro; agregar 1 gramo de cristales de SAF por litro si hay presencia de cloro residual	48 horas	
Oligoelementos en Agua					
Oligoelementos disueltos- aluminio, antimonio, arsénico, bario, berillio, boron, cadmio, cromo, cobalta, cobre, hierro, plomo, litio, manganeso, molibdeno, níquel, selenio, plata, Estroncio, uranio, vanadio, zinc	Enjuaguar las botellas con 25 a 50 mL de agua nativa filtrada	250	Filtrar en el lugar del muestreo con un filtro de cápsula de 0.45-µm, acidificar con ampollas de HNO_3 Teflon™	6 meses	Limpiar todo el equipo usando el proceso de limpieza incluído en este manual. Tomar la muestra con los mismos protocolos con que usaba recoger otras muestras integradas en profundidad. El equipo de muestreo, el separador y la tubería de Teflon™ deben ponerse en remojo durante 30 minutos en una solución de HCL al 5 por ciento. Filtrar el volumen de muestra requerido con

					un filtro de cápsula dentro de la tubería de 0.45 micrones (preacondicionado con 1 litro de ADI). Usar 25 a 50 mL de muestra filtrada para enjuagar la botella de oligoelementos (llenarlo hasta la parte superior del labio inferior de la botella de 250-mL). Llenar la botella de muestra designado solamente hasta la parte superior del labio superior de la botella de muestra para llegar a un volumen total filtrado de alrededor de 250 mL.
Materias Ogánicas/Pesticidas en el Agua					
Materias orgánicas	La muestra es filtrada y vertida en un frasco de vidrio de ámbar horneado de 1 litro*	1,000	Enfriar a 4 °C, oscuro	7 días hasta la extracción	Preenjuagar el filtro (placa de 142-mm) con 100mL de agua nativa, como mínimo. Filtrar con un filtro de fibra de vidrio

Pesticidas y herbicidas	do.	1,000	Enfriar hasta 4 °C, oscuro Si hay presencia de cloro, agregar 0.1 gramo de tiosulfato de sodio	7 días hasta la extracción	horneada (tamaño de poros de 0.7-µm.) Recoger ~ 1 L aproximadamente de muestra filtrada sin preenjuagar la botella, dejando 2 cm de espacio superior en la botella. Determinar el volumen exacto de la muestra filtrada restando el peso de tara del peso de la botella de muestra llenada. Enjuagar todo equipo/tubería en contacto con la muestra de pesticida con metanol para pesticidas.
Muestras de Garantía de Calidad					
Blancos de Laboratorio/Equipos de Campo					
Se requiere un blanco de equipo de laboratorio tanto para materias inorgánicas (metales y nutrientes disueltos) como para el carbono orgánico. Son requeridas por el protocolo inorgánico que se tomará al menos una vez por año por el equipo que se usa para tomar muestras de bajo nivel para componentes inorgánicos. Es una muestra en blanco que es generada en el laboratorio para verificar que la limpieza y el mantenimiento del equipo es adecuada para prevenir la contaminación del agua nativa cuando se recoge una muestra medioambiental. Se requieren dos blancos de equipo en el terreno para materias inorgánicas y carbono inorgánico y se requiere uno para pesticidas al menos una vez por año. Un blanco de equipo en el terreno es una solución en blanco que es generada en					

condiciones reales en el terreno y está sujeta a los mismos aspectos de recolección de muestras, procesamiento en el terreno, preservación, transporte y manipulación en el laboratorio que las muestras medioambientales. Los blancos de equipo en el terreno se debe preparar inmediatamente antes de tomar y procesar una muestra de agua nativa en un sitio seleccionado y deben prepararse usando agua en blanco sin materias inorgánicas o sin materias orgánicas, pero no ambas en el mismo lugar.
Blancos de Equipo Inorgánicos
Tomar dos muestras iniciales de solución fuente, una para cada plan si fuera necesario. Después del enjuague inicial, llenar la botella del tomamuestras con blanco de agua y verter por la boquilla en la bombona de vidrio; Verter el resto del agua en blanco del tomamuestras en el separador dinámico; volver a llenar el tomamuestras y repetir hasta que el agitador contenga unos 5 litros de agua; bombear una parte alícuota de agua en blanco del separador dinámico, usando el sistema de bombeo de rutina, en un frasco de muestra para el blanco de bomba de oligoelemento. Bombear dos partes alícuotas de solución de agua en blanco desde el separador dinámico a través del sistema de filtración preacondicionado en dos frascos de muestra para los blancos de equipo en el terreno con nutrientes y oligoelementos disueltos. Preservar todas las muestras conforme a lo requerido: presentar al laboratorio solamente las muestras blanco de equipo en el terreno (nutrientes filtrados y oligoelementos disueltos) y almacenar el resto de las muestras para análisis posterior, si fuera necesario.
Blancos Orgánicos de Equipo
Tomar dos muestras iniciales (1 litro y 125 mL) de solución fuente, una para cada programa, si fuera necesario. El enjuague del tomamuestras deberá simular lo más aproximadamente posible el enjuague en el terreno que ocurre antes de tomar la muestra medioambiental. Rellenar el tomamuestras y repetir hasta que la bombona de vidrio contenga al menos 2 a 3 litros de agua; bombear una parte alícuota de blanco de agua desde la bombona de vidrio pasando por el sistema de filtración de pesticida preacondicionado para el blanco de equipo del pesticida Volver a llenar el tomamuestras y verter otros 2 a 3 litros de blanco de agua en el separador dinámico; tomar una parte alícuota a través de la llave del agitador y bombearla a través del sistema de filtración preacondicionado COS/COD; después de acondicionar el filtro con 100 mL, filtrar 100 mL adicionales y presentar el filtrado y el filtro para el blanco de equipo de COS/COD.

Apéndice C. Directrices generales para la selección de equipo en base al material de construcción y al(los) analizando(s) objetivo
[X, generalmente asignados para utilización demonstrada; Si, sílise; Cr, cromo; Ni, níquel; Fe, hierro; Mn, manganeso; Mo, molibdeno; $^{3}H/^{3}He$, tritio/helio-3; CFC, clorofluorocarbono; B, boro]

Material de construcción para equipo de muestreo		Analizando(s) objetivo	
Material	Descripción	Inorgánico	Orgánico
Plasticos [1]			
Polímeros fluorocarbonados [2] (otras variedades disponibles para diferentes aplicaciones)	Químicamente inerte para la mayoría de los analizandos	X (fuente potencial de fluoruro)	X (Absorción de algunos orgánicos)
Polipropileno	Relativamente inerte para analizandos inorgánicos	X	No usar
Polietileno (lineal)	Relativamente inerte para analizandos inorgánicos	X	No usar
Cloruro de polivinilo (PVC)	Relativamente inerte para analizandos inorgánicos	X	No usar
Silicona	Muy poroso. Relativamente inerte para analizandos inorgánicos	X (potential source of Si)	No usar
Metales			
Acero inoxidable 316 (SS 316)	SS-316 tiene la mayor resistencia a la corrosión. Varias clasificaciones. Usada en la carcasa de bombas sumergibles	X (Fuente potencial de Cr, Ni, Fe, y posiblemente Mn y Mo) No usar para aguas superficiales salvo recubierto con	X No usar si está corroído[3]

		plástico	
Acero inoxidable 304	Similar al SS-316; menos resistente a la corrosión	No usar	X No usar si está corroído[3]
Otros metales: bronce, hierro, cobre, aluminio, aceros galvanizados y al carbono	Tubos de aluminio o cobre se usan de rutina para recoger muestras de $^{3}H/^{3}He$ y CFC	No usar (excepto lo indicado para isótopos)	X Se usa de rutina para CFC. No usar si está corroído[3]
Vidrio			
Vidrio, borosilicato (grado laboratorio)	Relativamente inerte. Absorción potencial de analizandos.	X Fuente potencial de B y Si	X

1. Los plásticos usados en relación con el muestreo de oligoelementos inorgánicos deben ser incoloros o blancos.
2. Los polímeros fluorocarbonados contienen materiales como Teflon™, Kynar™, y Tefzel™, que son relativamente inertes para muestreo de analizandos org/inorg.
3. Las superficies corroídas/deterioradas por la intemperie son lugares de absorción activa de compestos orgánicos.

ANEXO J

DEFINICIONES

a) **LINEALIDAD**: Es la capacidad del método analítico para obtener resultados directamente proporcionales a la concentración o cantidad del analito en un rango definido. Se determina mediante el tratamiento matemático de los resultados obtenidos en el análisis del analito a diferentes cantidades o concentraciones. La selección del rango y del número de puntos experimentales está estrictamente relacionada con la aplicación del método.

La curva de regresión se determina sobre los puntos individuales sin promediar por el método de los mínimos cuadrados. En el eje de las "x" aparecerá la cantidad o la concentración del analito y en el eje "y", la respuesta analítica.

Los estimadores de regresión para un nivel de significación ($\propto$) dado en la mayoría de trabajos químicos $\propto = 0.05$ [5%] son:

- **Coeficiente de correlación (r).** Muchos autores plantean que para que el método se considere lineal, el coeficiente de correlación debe ser mayor que 0.999.
- **Pendiente (conocida también como coeficiente de regresión**). Indica la sensibilidad de calibración o del método y se expresa en unidades de respuesta sobre unidades de concentración o cantidad del analito. La sensibilidad analítica relaciona la aleatoriedad de la respuesta con la aleatoriedad debida a la variación de la concentración, es inversamente proporcional a la capacidad de detectar pequeñas diferencias en la concentración del analito, y se obtiene dividiendo la pendiente de la curva de calibración por la desviación estándar de las respuestas en cada punto o concentración. Se considera que a mayor pendiente, mayor sensibilidad y que mientras más pequeño sea el coeficiente de variación de la pendiente mayor

será la linealidad (coeficientes de variación de la pendiente mayores que el 5,0 % indican falta de linealidad).

PRECISIÓN. Refleja la medida en que los valores de una serie repetida de ensayos analíticos que se realizan sobre una muestra homogénea son semejantes entre sí.[10] Aunque la USP XXII[11] expresa que la precisión es la expresión del grado de la reproducibilidad, *Calpena* incluye dentro de este acápite la Repetibilidad, la reproducibilidad y la robustez del método analítico, mientras que la Norma Británica[12] incluye sólo la Repetibilidad y la reproducibilidad.

- **Repetibilidad**. Refleja la precisión de un método, cuando se desarrolla bajo las mismas condiciones, utilizando la misma muestra, analizada por el mismo analista, en el mismo laboratorio, con los mismos equipos y reactivos y durante una misma sesión de trabajo en un período corto.

El parámetro estadístico que caracteriza a este estudio es la desviación estándar o preferiblemente el coeficiente de variación (desviación estándar relativa). Este parámetro permite evaluar la incertidumbre en la estimación de la media, es decir, el error aleatorio que se corresponde con la dispersión de los datos alrededor de la media. El cálculo es el siguiente:

$$\mathrm{CV} = \frac{s \times 100}{\bar{x}} \quad (2)$$

Este parámetro se determina mediante uno de los siguientes métodos:

[10] Calpena AC, Escribano E, Fernández C. Validación de los métodos analíticos. Farm Clin 1991;7(9):749-58.

[11] United States Pharmacopeial Convention USP XXII: United States Pharmacopeia. 22ed. Easton: Mack Printing, 1990:1225,1710.

[12] British Standard No. BS 5497. Precision of Test Methods. 1979; pte 1.

- Realizando varias determinaciones a una muestra homogénea.
- Realizando varias determinaciones a muestras de cantidades o concentraciones diferentes.

Cuando el número de muestras es pequeño (menor que 30), el intervalo de confianza del valor de la media (rango en el cual se incluye el valor real con la probabilidad indicada) se calcula mediante la distribución t de Student.

- **Reproducibilidad.** Es la medida de la precisión de los resultados de ensayos realizados sobre la misma muestra homogénea, pero ejecutados por diferentes analistas en días diferentes y se expresa con los mismos parámetros matemáticos que la Repetibilidad. El coeficiente de variación en el estudio de la reproducibilidad debe ser igual o mayor que el obtenido en el estudio de Repetibilidad para la misma cantidad o concentración debido a la mayor fuente de error que existe en la reproducibilidad.

- **Robustez (tolerancia).** Es el grado de reproducibilidad de los resultados obtenidos mediante la ejecución del método sobre una misma muestra variando algunas condiciones operacionales como, por ejemplo, diferentes laboratorios, reactivos, analistas, equipos, temperaturas de ensayo, etcétera. Se determina como una función de las variables seleccionadas en la ejecución y los resultados se comparan con los resultados del estudio de reproducibilidad del método para obtener una medida de la tolerancia del método analítico. El resultado más real es el que se obtiene en las pruebas interlaboratorios, sin embargo, éstos resultan muy costosos y consumen una gran cantidad de tiempo.

EXACTITUD. Indica la capacidad del método analítico para obtener resultados lo más próximos posibles al valor verdadero.A diferencia de la precisión, que refleja el error aleatorio, la exactitud refleja el error sistemático o la tendencia a él.[7]

Cuando existen interferencias en el método por falta de selectividad (desviación por exceso en los resultados), o cuando se trata de métodos analíticos muy laboriosos, con varias etapas, como extracciones, purificaciones, etcétera (desviación por defecto en los resultados), el método se considera no exacto.Para asegurar una buena exactitud, es necesario eliminar los errores que no están sujetos a tratamiento estadístico (calibración o control incorrectos de equipos), los errores inherentes a blancos (errores constantes) y los que dependen de la cantidad del analito presente (errores proporcionales). la mejor manera de identificar estos errores será realizando una prueba interlaboratorio.

Normalmente se expresa en términos de error. Se tendrán como referencia los PATRONES preparados en el laboratorio, y por lo menos un patrón externo CERTIFICADO. La concentración de estos patrones deberá estar localizada dentro del rango de aplicación del método. La exactitud expresada como el porcentaje de error, se calcula por:

$$\%\,\text{Error} = \frac{X_{exp} - X_{real}}{X_{real}} \times 100 \quad (4)$$

SELECTIVIDAD (ESPECIFICIDAD). Se define como la capacidad de un método analítico para medir exacta y específicamente el analito sin interferencias de impurezas, que pueden estar presentes en la muestra. Se expresa como el grado de inexactitud del método. La evaluación de este parámetro es Aunque la especificidad y la selectividad se consideran términos equivalente, algunos autores los diferencian, considerando la selectividad como la capacidad de detectar simultánea o separadamente sustancias químicas diferentes presentes en una misma muestra y a la especificidad como la capacidad de detectar el analito sin interferencias de otro compuesto. La selectividad se determina comparando los

resultados del análisis de muestras con los resultados del análisis de las muestras en presencia de productos relacionados.

RANGO. es el intervalo entre el nivel más alto y más bajo del analito en el que se ha demostrado que el método tal y como se indica, puede ser determinado con exactitud, precisión y linealidad. Normalmente se expresa en las mismas unidades que los resultados de la prueba en el método analítico.

TIPOS DE ERRORES

- **Errores aleatorios**: Son causa de que las lecturas sucesivas se dispersen alrededor del valor real, son estimados por la precisión; en general obedecen a una distribución normal.

- **Errores sistemáticos**: Son indicados por a tendencia de los resultados a ser mayores o menores que el valor real; son estimados por la exactitud.

- **Error total:** Es la combinación entre los errores aleatorios y totales; es el expresado por el término actitud.

- **Error absoluto**: Diferencia aritmética entre un dato y su valor real.
- **Error relativo**: Es el error absoluto dividido por el valor y expresado en términos de porcentaje.

LIMITE DE DETECCIÓN: La mayoría de criterios coinciden en que el límite de detección se define a partir de la más pequeña cantidad detectable por encima del ruido de un procedimiento y dentro de un límite declarado de aceptación. La práctica común identifica varios límites de detección, cada uno con un propósito

definido, pero para fines prácticos se tomará el LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO (LDM), como la concentración mínima que puede ser medida con una exactitud y una precisión aceptables.

- **Límite de detección instrumental (LDI):** concentración de analito que produce una señal superior a cinco veces la relación señal/ruido del instrumento; se ha establecido en 1,645 veces el valor s de los análisis de blancos. Resulta muy útil para valorar la concentración de analito o la cantidad de un extracto necesaria para producir una señal que permita calcular un LDM estimado.
- **Límite de detección del método (LDM):** concentración de analito que, cuando se procesa a través del método completo, produce una señal con una probabilidad del 99% de ser diferente del blanco. Para siete réplicas de la muestra, la media debe ser 3,14s veces superior al blanco, donde s es la desviación estándar de siete muestras. Para determinar el LDM se añade el analito al agua grado reactivo o a la matriz de interés para obtener una concentración (C_{Eb}) próxima al LDM estimado; se analizan diez partes de esta solución y se calcula la desviación estándar; a partir de una tabla de distribución desigual de t, se selecciona el valor de t para n-1 grados de libertad y un nivel de confianza del 95%

RECUPERACIÓN: Es la capacidad que tiene un procedimiento analítico para determinar cuantitativamente una especie química que ha sido adicionada a una muestra. Se expresa como Porcentaje (%R) y se calcula como:

$$\%R = \frac{\overline{C_X} - C_{BK}}{C_A} \times 100 \quad (5)$$

donde:

C_x = concentración promedio de las determinaciones,

C_{BK} = concentración del blanco, y

C_A = concentración real adicionada.

La recuperación sobre muestras reales se calcula por:

$$\%R_M = \frac{C_{MA} - \overline{C_M}}{C_A} \times 100 \quad (6)$$

donde:

C_M = concentración promedio de la muestra no adicionada,

C_{MA} = medida de la concentración en la muestra adicionada, y

C_A = concentración conocida adicionada a la muestra.

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

MUESTRA: Para este propósito, el término se refiere a cada sistema físico que sea sometido al procedimiento de análisis siguiendo el método que se está estandarizando, ya sea un Blanco, un Estándar, una Muestra Adicionada, o una Muestra Real propiamente dicha.

MUESTRA ADICIONADA: Es una muestra natural o real a la cual se le ha adicionado una cantidad conocida del analito que se estudia. Esta adición debe hacerse en la forma prevista en el diseño de las condiciones de estandarización para que sea reproducible.

ANEXO K

INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES

PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL

PROTOCOLO

ESTANDARIZACION DE METODOS ANALITICOS

(\\Amigo\pso\Instructivos\Protocolo Validacion V 2.0.doc)

ELABORADO POR:

GUSTAVO ALFONSO COY

Químico

Revisado y Actualizado:

COMITÉ DE CALIDAD ANALÍTICA, NOVIEMBRE 10 DE 1999

Aprobado:

COMITÉ DE CALIDAD ANALÍTICA, NOVIEMBRE 17 DE 1999

SANTAFÉ DE BOGOTÁ, NOVIEMBRE DE 1999

PROTOCOLO

ESTANDARIZACION DE METODOS ANALITICOS

1. INTRODUCCIÓN

La estandarización de un método analítico es un proceso riguroso que dependiendo de la técnica analítica a la que pertenezca el método, la matriz, el analito, la cantidad de parámetros de estandarización, y de la logística empleada para su desarrollo, puede requerir de un tiempo mas o menos considerable (en algunos casos puede superar los seis meses).

En el presente documento se presenta un procedimiento de estandarización que se puede considerar como abreviado pero que incluye los parámetros fundamentales para que un método analítico una vez montado pueda empezar a reportar datos con adecuado y comprobable grado de confianza. El método así estandarizado debe ser sometido a un seguimiento sistemático por medio de "cartas o gráficas de control de calidad" y con ensayos particularmente diseñados con el propósito de ajustar los puntos débiles o los que no han quedado cubiertos en ésta estandarización. Con el procedimiento propuesto la precisión se da en términos de repetibilidad y una vez logrado éste objetivo, se puede desarrollar lo concerniente a la reproducibilidad entre analistas y luego entre laboratorios.

2. OBJETIVO

Mediante la aplicación del protocolo de estandarización se desea obtener en forma experimental y para las condiciones particulares del Laboratorio, los valores de los parámetros que servirán como criterios de confianza del método analítico; estos parámetros son: exactitud, precisión, linealidad, límite de detección, sensibilidad, y porcentaje de recuperación.

Se espera además obtener información o complementar la existente en lo relacionado con: Interferencias, limitaciones, tiempo de vida útil de la muestra para el analito de interés, tiempo de análisis y costo del análisis.

3. DEFINICIONES

EXACTITUD: Es el grado de aproximación entre el valor obtenido experimentalmente y el valor real o aceptado; normalmente se expresa en términos de error. Se tendrán como referencia los PATRONES preparados en el laboratorio, y por lo menos un patrón externo CERTIFICADO. La concentración de estos patrones deberá estar localizada dentro del rango de aplicación del método. La exactitud expresada como el porcentaje de error, se calcula por:

$$\%\ \text{Error} = \frac{X_{exp} - X_{real}}{X_{real}} \times 100$$

PRECISIÓN: Indica el grado de concordancia entre los resultados obtenidos para réplicas de una misma muestra, aplicando el mismo procedimiento experimental bajo condiciones prefijadas. Usualmente se expresa en términos de la DESVIACIÓN ESTÁNDAR (s). Otra forma de expresar la precisión es la Desviación Estándar Relativa o COEFICIENTE DE VARIACIÓN (CV), que se calcula:

$$CV = \frac{s \times 100}{\bar{x}}$$

La Repetibilidad es una medida de la precisión de datos obtenidos por un solo operador trabajando siempre en las mismas condiciones (equipos, materiales y reactivos). La Reproducibilidad es una medida de la precisión de los datos obtenidos entre dos o más analistas y/o laboratorios que utilizan el mismo método y similares condiciones.

LÍMITE DE DETECCIÓN: La mayoría de criterios coinciden en que el límite de detección se define a partir de la más pequeña cantidad detectable por encima del ruido de un procedimiento y dentro de un límite declarado de aceptación; este último se establece de modo que las probabilidades de que se presenten errores de tipo I (falso positivo) y II (falso negativo) sean razonablemente pequeñas. La práctica común identifica varios límites de detección, cada uno con un propósito definido, pero para fines prácticos se tomará el LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO (LDM), como la concentración mínima que puede ser medida con una exactitud y una precisión aceptables.

- Límite de detección instrumental (LDI): concentración de analito que produce una señal superior a cinco veces la relación señal/ruido del instrumento; se ha establecido en 1,645

veces el valor s de los análisis de blancos. Resulta muy útil para valorar la concentración de analito o la cantidad de un extracto necesaria para producir una señal que permita calcular un LDM estimado.

- Límite de detección del método (LDM): concentración de analito que, cuando se procesa a través del método completo, produce una señal con una probabilidad del 99% de ser diferente del blanco. Para siete réplicas de la muestra, la media debe ser 3,14s veces superior al blanco, donde s es la desviación estándar de siete muestras. Para determinar el LDM se añade el analito al agua grado reactivo o a la matriz de interés para obtener una concentración (C_{Eb}) próxima al LDM estimado; se analizan diez partes de esta solución y se calcula la desviación estándar; a partir de una tabla de distribución desigual de t, se selecciona el valor de t para n-1 grados de libertad y un nivel de confianza del 95%:

$$LDM = \overline{C_{Eb}} + t_{n-1} \times s$$

LINEALIDAD: Se refiere a la proporcionalidad entre la concentración y la señal producida por el instrumento y se debe verificar si en el laboratorio se cumple el rango y tipo de linealidad que reporta la literatura del método.

SENSIBILIDAD: Es una medida del factor de respuesta del instrumento como una función de la concentración. Normalmente se mide como la pendiente de la curva de calibración. Como valor se puede reportar el promedio para las curvas obtenidas en los ensayos de estandarización y en la medición de muestras, indicando su desviación estándar.

RECUPERACIÓN: Es la capacidad que tiene un procedimiento analítico para determinar cuantitativamente una especie química que ha sido adicionada a una muestra. Se expresa como Porcentaje (%R) y se calcula como:

$$\%R = \frac{\overline{C_X} - C_{BK}}{C_A} \times 100$$

donde:

C_x = concentración promedio de las determinaciones,

C_{BK} = concentración del blanco, y

C_A = concentración real adicionada.

La recuperación sobre muestras reales se calcula por:

$$\%R_M = \frac{C_{MA} - \overline{C_M}}{C_A} \times 100$$

donde:

C_M = concentración promedio de la muestra no adicionada,

C_{MA} = medida de la concentración en la muestra adicionada, y

C_A = concentración conocida adicionada a la muestra.

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

"MUESTRA": Para este propósito, el término se refiere a cada sistema físico que sea sometido al procedimiento de análisis siguiendo el método que se está estandarizando, ya sea un Blanco, un Estándar, una Muestra Adicionada, o una Muestra Real propiamente dicha.

MUESTRA ADICIONADA: Es una muestra natural o real a la cual se le ha adicionado una cantidad conocida del analito que se estudia . Esta adición debe hacerse en la forma prevista en el diseño de las condiciones de estandarización para que sea reproducible.

4. ETAPA PRELIMINAR A LA ESTANDARIZACION

La etapa preliminar es parte integrante y pre–requisito de la estandarización; consiste en una serie de pasos que permiten obtener información relevante y orientar el proceso de la estandarización propiamente dicha.

4.1. Documentación y montaje de la metodología

a. Selección del método para cada analito y por cada matriz. Debe contener los criterios de selección correspondientes.

b. Creación de un archivo físico (carpeta) para toda la documentación generada en el proceso. La carpeta debe radicarse en el archivo técnico y estar disponible para su consulta permanente.

c. Tener y conocer el protocolo del método, disponiendo de una copia de trabajo (debe incluir bibliografía).

d. Conocimiento del fundamento físico y químico del método y de la técnica a la cual pertenece éste. Se debe elaborar un resumen conciso.

e. Conocimiento exacto del funcionamiento del equipo de medición. En lo posible se debe tener el diagrama de flujo para el manejo del equipo o por lo menos los pasos que se deben seguir en orden cronológico para su adecuada operación desde el encendido hasta el apagado.

f. Inventario de los reactivos que se necesitan para toda la estandarización (identificación, precauciones, calidad, cantidad, grado de pureza, conservación del reactivo puro y en solución).

g. Inventario de vidriería y otros materiales necesarios, señalando las cantidades necesarias para cada día y requerimientos para su limpieza.

h. Establecer los procedimientos para la descontaminación y limpieza del material y para la disposición de los desechos.

i. Diseño de un formato para la captura de los datos, solo si los formatos existentes no se adaptan a los requerimientos específicos de la metodología.

j. Verificación y optimización de las condiciones y de los parámetros instrumentales, incluyendo curva de calibración.

k. Definición del intervalo de aplicación del método, teniendo como criterios:

- La información de la literatura (protocolo).
- El interés específico (ambiental).
- Los ensayos preliminares en el Laboratorio.

El intervalo de aplicación va desde la mínima cantidad detectable (LDI) hasta la concentración que se podría leer con la máxima dilución posible aceptable de acuerdo con las condiciones fisicoquímicas de la muestra (en general no debe ser mayor de 1:10).

l. Diseñar el plan y un procedimiento detallado para la preparación y análisis de reactivos, estándares, muestras y muestras adicionadas de acuerdo con el tiempo de vida útil de cada uno y la estabilidad del analito. Este plan deberá ser presentado para su auditoría analítica previo al inicio del proceso y tiene como objetivo establecer el límite de detección (LDI y LDM), la sensibilidad, la linealidad y demás variables básicas del método.

4.2. Parte experimental o de mediciones (Prevalidación)

Antes de iniciar el proceso de estandarización se debe establecer por mediciones programadas:

- Límite de detección instrumental
- Límite de detección del método
- Intervalo lineal del método
- Linealidad
- Sensibilidad
- Variables instrumentales o metodológicas particulares del Laboratorio que puedan afectar el proceso de medición

5. PROCEDIMIENTO DE ESTANDARIZACION (VALIDACIÓN)

5.1. Parte experimental o de mediciones

Antes de iniciar las mediciones, el analista debe garantizar que el método está montado y que el equipo funciona en condiciones óptimas para la lectura de muestras. La parte experimental consiste en la corrida de las "muestras" y el registro de los resultados para cada grupo diario de ENSAYOS (Ensayo No 1, Ensayo No 2, ... Ensayo No 7). En total se deben correr un mínimo de 7 ensayos en días diferentes que pueden ser continuos o alternos, con una diferencia máxima de 3 días entre un ensayo y otro (viernes - lunes).

El grupo básico de "muestras" a correr en cada ensayo es:

- ✓ BK (Blanco de reactivos y procedimiento)
- ✓ E.b (Estándar de concentración baja, que nos permita calcular el LDM)
- ✓ E.m (Estándar de concentración media; aprox. El 50% del rango)

- ✓ E.a (Estándar de concentración alta; aprox. El 90% del rango)
- ✓ M1 (Muestra natural para ver efectos de la matriz real, concentración <50% del rango)
- ✓ M2 (Muestra natural para ver efectos de la matriz real, concentración >>M1)
- ✓ M1A.b (M1 adicionada con un nivel bajo, máximo el 30% del valor de M1)
- ✓ M1A.a (M1 adicionada con un nivel alto, mínimo el 50% del valor de M1)
- ✓ Mc (Muestra o estándar certificado). Se sugiere utilizarlo en el último o los dos últimos ensayos.

Este grupo básico de "muestras" se debe correr mínimo por duplicado para un total de 16 datos diarios (18, si hay estándares certificados). En esta etapa o de corrida de los ensayos es donde se obtienen todos los datos primarios y requiere que en su ejecución se cumplan ciertas condiciones mínimas:

- ➢ Cada grupo de muestras se analiza en el mismo día corriendo todas las muestras en forma paralela.
- ➢ Es recomendable que el proceso se inicie siempre a la misma hora y lo suficientemente temprano para que se pueda cumplir con el análisis de todas las muestras, teniendo en cuenta que pueden ocurrir imprevistos.
- ➢ Todo el material de vidrio deberá ser lavado previamente de acuerdo con el procedimiento establecido en el Laboratorio para cada uso y deberá ser sometido a la revisión o control de calidad correspondiente.
- ➢ Es recomendable que el procedimiento sea efectuado por un profesional Químico o con la supervisión del mismo.
- ➢ El formato de captura de datos se deberá diligenciar en el mismo momento en que se obtienen los datos (no transcribir, copiar, etc.). Las cifras erradas se deben corregir inmediatamente dejando constancia por parte del analista en forma clara en que consistió el error.

5.2. Análisis estadístico de los resultados

Utilizando las fórmulas presentadas en las definiciones, calcular:

Rechazo de datos. Calcular el estadístico T para los valores extremos de cada grupo (máximo y mínimo), de la siguiente manera:

- Ordenar los datos de menor a mayor: $[x_{bajo}, x_2, x_3, ...x_{alto}]$
- Calcular x_{prom} y s
- Calcular T como: $T = (x_{alto} - x_{prom})/s$ para un valor alto; $T = (x_{prom} - x_{bajo})/s$ para un valor bajo
- Si el T calculado es mayor que el T de tablas (para un nivel de confianza del 95% y n mediciones), el dato se rechaza. De acuerdo con el tamaño pequeño de las poblaciones que se van a manejar, se pueden rechazar como máximo dos datos; si la aplicación del criterio de rechazo da positiva para más de dos datos, el ensayo debería repetirse.

Precisión. Calcular la desviación estándar (s), el coeficiente de variación (CV) y el límite de confianza del 95% (LC_{95}) para cada "muestra" tomando todos los datos de los 7 ensayos (14 datos).

Exactitud. Calcular para cada estándar y para el patrón certificado el porcentaje de error relativo en cada determinación. Determinar para cada tipo de "muestra" el valor promedio de error relativo.

Porcentaje de Recuperación. Calcular el %R para cada nivel de concentración adicionado. Reportar indicando la recuperación para estándares y la recuperación para muestras reales. Se debe reportar la recuperación media, el rango de %R y su desviación estándar.

5.3. Elaboración y presentación de documentos

Como resultado de la estandarización se deben presentar tres documentos:

- **Protocolo de validación:** El presente documento se toma como referencia para la estandarización de los diferentes métodos haciendo los ajustes correspondientes para las características particulares de cada analito y de la técnica utilizada.
- **Carpeta de soporte técnico:** Contiene todos los documentos originales producidos durante el proceso de estandarización, las notas y observaciones del analista, hojas de captura de datos, cálculos, y demás información que permita la revisión del proceso y/o su replicación por otro analista o por otro laboratorio.
- **Parámetros de estandarización:** Son los resultados finales del proceso, expresados en forma clara y de acuerdo con las convenciones que se utilicen por la literatura especializada en el tema.

6. BIBLIOGRAFÍA

Quality assurance in the National Water Quality Laboratory; Canada Centre for Island Waters, Burlington, Ontario. 2ª. Ed.,1986.

Standard Methods for the examination of water and wastewater, 19th Edition ,1995.

Programa de Garantía de calidad. Grupo de Salud Ambiental. Instituto Nacional de Salud, Santa Fe de Bogotá, D. C., 1994 (sin publicar).

Memorias del curso "Análisis Instrumental", Universidad Nacional de Colombia, Santafé de Bogotá, D.C., Enero de 1997.

Información escrita suministrada por el Químico Guillermo Cortés, contratista del IDEAM, mayo de 1998.

Elaborado por:
GUSTAVO ALFONSO COY, Q
20 de mayo de 1998

Corregido y actualizado por:
BLANCA MORENO, Q
GUILLERMO CORTÉS, Q
GUSTAVO ALFONSO, Q
JEREMÍAS GÓMEZ, QF
12 de octubre de 1999

Aprobado en la sesión del Comité de Calidad Analítica del 17 de noviembre de 1999:

BLANCA MORENO *GUSTAVO ALFONSO*

JEREMÍAS GÓMEZ *GUILLERMO CORTÉS*

7. ANEXO. TABLAS DE VALORES ESTADÍSTICOS

Tabla 1. Valores críticos T para rechazo de datos

n	95%	n	95%	n	95%
3	1,15	14	2,37	25	2,66
4	1,46	15	2,41	26	2,67
5	1,67	16	2,44	27	2,69
6	1,82	17	2,47	28	2,71
7	1,94	18	2,50	29	2,72
8	2,03	19	2,53	30	2,74
9	2,11	20	2,56	40	2,87
10	2,18	21	2,58	50	2,96
11	2,24	22	2,6	60	3,03
12	2,29	23	2,62	100	3,21
13	2,33	24	2,64		

Tabla 2. Valores de la distribución t para calcular LC 95 %

gl	95%	gl	95%	gl	95%	gl	95%
1	12,71	11	2,20	21	2,08	50	2,01
2	4,30	12	2,18	22	2,07	$\propto$	1,96
3	3,18	13	2,16	23	2,07		
4	2,78	14	2,14	24	2,06		
5	2,57	15	2,13	25	2,06		
6	2,45	16	2,12	26	2,06		
7	2,36	17	2,11	27	2,05		
8	2,31	18	2,10	28	2,05		
9	2,26	19	2,09	29	2,05		
10	2,23	20	2,09	30	2,04		

Tabla 3. Valores de la distribución t (99%) para calcular LDM

gl	99%	gl	99%	gl	99%	gl	99%
1	31,82	11	2,72	21	2,52	40	2,42
2	6,96	12	2,68	22	2,51	50	2,40
3	4,54	13	2,65	23	2,50	60	2,39
4	3,75	14	2,62	24	2,49	70	2,38
5	3,36	15	2,60	25	2,48	80	2,37
6	3,14	16	2,58	26	2,48	90	2,37
7	3,00	17	2,57	27	2,47	100	2,36
8	2,90	18	2,55	28	2,47	$\propto$	2,33
9	2,82	19	2,54	29	2,46		
10	2,76	20	2,53	30	2,46		

ANEXO L

Los Análisis fueron realizados por la T.Q. Lina Marcela Uribe.
El plan de validación fue elaborado por I.Q. Martha Isabel López y T.Q. Lina Marcela Uribe.

1. FUNDAMENTO TEÓRICO:

- **TÉCNICA: Gravimetría**

- **MÉTODO: Sólidos Suspendidos Totales secados a 103-105°C**

Los sólidos suspendidos están constituidos por la materia suspendida que es retenida sobre un filtro de fibra de vidrio, cuando se ha pasado una muestra de agua residual previamente agitada. Por esto la determinación de los sólidos suspendidos es de gran valor en el análisis de aguas contaminadas; siendo considerado como uno de los mejores parámetros usados para evaluar la contaminación de las aguas residuales domésticas y determinar la eficiencia de las plantas de tratamiento.

En los trabajos de control de polución de las corrientes todos los sólidos suspendidos se consideran tienden a ser estables. La deposición ocurre a través de la floculación biológica o química. La medición de los sólidos suspendidos se considera una variable tan significativa como la DBO.

En las técnicas gravimétricas todas las medidas se realizan por pesada. Es inútil empezar el trabajo analítico hasta que se pueda pesar con confianza y seguridad. La mayor parte de las pesadas del análisis cuantitativo se realizan con exactitud de 0.1mg (0.0001g).

El método Sólidos Suspendidos Totales es un Análisis Gravimétrico. En las llamadas técnicas gravimétricas la cantidad de una sustancia buscada se determina mediante el peso de la propia sustancia pura, o de algún compuesto químico que la contiene o equivale químicamente a ella.

2. ETAPA PRELIMINAR:

2.1. INVENTARIO DE REACTIVOS NECESARIOS:

REACTIVO	CANTIDAD TOTAL
• **AGUA DESTILADA PARA PREPARAR LOS ESTÁNDARES**	40 L
• **MUESTRA REAL**	3 L
• **CAOLÍN COLOIDAL USP**[1]	38 g

El Caolín es un silicato de aluminio hidratado, de origen natural, que se encuentra en forma de polvo. Es prácticamente insoluble en agua y en ácidos minerales.
El caolín empleado para preparar los estándares debe ser previamente secado para eliminar la humedad que pudiera tener, y debe ser mantenido en un desecador.

2.2. INVENTARIO DE MATERIALES Y VIDRIERÍA NECESARIOS:

INSUMO	*CANTIDAD DIARIA*
Crisoles Gooch. Porcelana de diferentes diámetros	8
Papel de filtro de microfibra de vidrio Whatmas.	20
Frascos lavadores	2
Cajas Petri	2
Espátula	2
Papel aluminio	1/2m
Balones aforados vidrio clase A x 1000ml	8

[1] United States Pharmacopoeia Xiii

Toalla para manos	1 rollo (total)
Barras agitadores magnéticas	2
Balón aforado vidrio clase A x 2000ml	1
Beakers x 50ml	4
Beakers x 150ml	3
Probeta graduada x 10ml	1
Probeta graduada x 25mL	1
Probeta graduada x 100 ml.	1
Probeta graduada x 1000 ml.	1
Pinzas para Crisol	1
Placa refractaria	1

EQUIPOS

Agitador magnético	1
Estufa	1
Desecador	1
Balanza analítica	1
Bomba de vacío	1
Timer	1

2. PLAN EXPERIMENTAL:

ELABORADO:MARTHA ISABEL LOPEZ RUIZ	**FECHA:11/07/02**
REVISADO:LINA MARCELA URIBE	**FECHA:12/07/02**
AUTORIZADO:	**FECHA:**

Todos los ensayos se realizaron siguiendo el procedimiento anotado en el "Protocolo del Método Sólidos Suspendidos Totales"
En el protocolo se definen las siguientes condiciones experimentales:

- "Este método es aplicable a aguas potables, superficiales y salinas, aguas residuales domésticas e industriales y lluvia ácida, en un intervalo de 4 a 20000 mg/L".

- "Tomar una alícuota de muestra que produzca entre 10 y 200 mg de residuo seco. Si se emplean más de diez minutos para completar la filtración, aumentar el tamaño del filtro o disminuir el volumen de muestra; para muestras no homogéneas tales como aguas residuales, usar un filtro grande que permita filtrar una muestra representativa".

Las muestras que se procesaron cada día por duplicado fueron:

3. BLANCO (BK Y Bk'):
- Agua destilada.
- Volumen de muestra = 2L.

4. ESTÁNDAR BAJO (Eb y Eb'):
- Concentración 4 mg/L
- Volumen de la muestra = 2L
- Peso del residuo seco= 8 mg
- Peso necesario de caolín 0.0040 g/L. Preparar 2L.
- Preparación: Diaria.

3. ESTANDAR MEDIO BAJO (Emb y Emb')
- Concentración = 1000mg/L
- Volumen de la alicuota: 100ml
- Peso del residuo seco: 100mg
- Peso necesario de Caolín: 1g/L
- Preparar 2 L
- Preparación: Una sola vez. Mantener refrigerado; sacar y con agitación constante tomar la alicuota.

4. ESTANDAR MEDIO
- Concentración: 5000mg/L
- Volumen de la alicuota: 20ml
- Peso del residuo seco: 100mg
- Peso necesario de caolín: 5g/L Preparar 1Litro
- Preparación = Una sola vez. Mantener refrigerado; sacar y con agitación constante y tomar la alicuota.

5. ESTÁNDAR MEDIO ALTO (Ema y Ema'):
- Concentración = 10000 mg/L.
- Volumen de la alícuota= 20 mL.
- Peso del residuo seco= 200 mg.
- Peso necesario de caolín = 10 g/L. Preparar 1L.
- Preparación = Una sola vez. Mantener refrigerado; sacar y con agitación constante tomar la alicuota.

6. ESTÁNDAR ALTO (Ea y Ea'):
- Concentración= 20000 mg/L.
- Volumen de la alícuota= 10 mL.
- Peso del residuo seco= 200 mg.
- Peso necesario de caolín= 20 g/L. Preparar 1L.
- Preparación= Una sola vez. Mantener refrigerado; sacar y con agitación constante tomar la alicuota.

7. MUESTRA REAL (M1 y M1'): Fue tomada por la T.Q. Lina Marcela Uribe en la salida del UASB de Postobón Dosquebradas.
- Concentración aprox = 128mg/L
- Volumen de la alícuota= 25 mL.
- Peso del residuo seco $\approx$ 3.2 mg.
- Mantener refrigerada; sacar y con agitación constante tomar la alicuota.

7. MUESTRA REAL CON ADICIÓN BAJA (M1Ab y M1Ab'):
- Adición: 5.0 mg de residuo seco $\Rightarrow$ peso total aproximado de residuo seco$\approx$ 8.2 mg.

- Concentración ≈ 130 mg/L
- Volumen de la alícuota= 25 mL.
- Preparación: M1 + 2 mg de caolín, llevando a 1L con M1.
- Mantener refrigerada; sacar y con agitación constante tomar la alicuota.

8. MUESTRA REAL CON ADICIÓN ALTA (M1Aa y M1Aa'):

- Adición: 185 mg de residuo seco ⇒ peso total aproximado de residuo seco≈ 188.2 mg.
- Concentración≈ 7528 mg/L
- Volumen de la alícuota= 25 mL.
- Preparación: M1 + 7400 mg de caolín, llevando a 1L con M1.
- Mantener refrigerada; sacar y con agitación constante, tomar la alicuota.

Las siete muestras anteriores se procesaron durante siete días por duplicado.

4.0 ANÁLISIS ESTADÍSTICO

4.1 RESULTADOS EXPERIMENTALES:

Tabla No. 1: Concentraciones experimentales de SST obtenidas durante la validación

Identificación de La muestra	Día #1 Mg/L	Día #2 mg/L	Día #3 mg/L	Día #4 mg/L	Día #5 mg/L	Día #6 Mg/L	Día #7 mg/L
Bk	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Bk'	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.1	0.0
Eb	3.9	3.9	4.0	4.1	4.1	4.1	4.1
Eb'	3.9	4.1	3.9	4.0	3.9	4.0	4.0
Emb	994	1000	1002	1006	1005	1006	1001
Emb'	995	998	1000	997	1002	1002	1000
Em	4985	4985	4985	5005	5000	4990	5005
Em'	4985	4970	4990	4990	5010	5005	5020
Ema	9944	9996	10088	9976	10024	9996	10056
Ema'	9964	9956	9976	10040	10072	9968	10008
Ea	19532	19692	20432	19960	20100	20000	20172
Ea'	19524	19588	20104	20008	20036	20164	20168
M1(1)	120	130	130	130	128	124	132

M1(2)	130	130	130	130	128	132	128
M1(3)	130	135	130	130	132	132	128
M1(4)	120	130	135	125	128	120	132
M1(5)	130						
M1(6)	130						
M1'(7)	120						
M1(8)	130						
M1(9)	120						
M1(10)	120						
M1Ab	130	130	135	136	136	132	132
M1Ab'	130	132	125	132	132	136	136
M1Aa	7500	7525	7500	7530	7530	7530	7550
M1Aa'	7210*	7565	7495	7515	7535	7510	7525

* El resultado obtenido se descarta ya que con la prueba de rechazo de datos se llega a esta conclusión T=3.4 > t = 2.37.

4.2 RECHAZO DE DATOS DUDOSOS EN CADA NIVEL DE CONCENTRACIÓN:

De acuerdo al documento del Químico Gustavo Alfonso Coy: "Cuando se observen datos sospechosos de ser rechazados por diferir del resto de la población, se utilizará como criterio de rechazo [2] la **PRUEBA ESTADÍSTICA " T "** que se aplica de la siguiente forma:

- Calcular el estadístico T y compararlo con el T de las tablas.

a) Ordenar los datos: [$X_{bajo,}$ X_2,X_3,.....X_{alto}]
b) Calcular X_{prom} y s (desviación estándar)
c) Calcular T: T= ($X_{alto} - X_{prom}$)/ s Para un valor alto

$$T= (X_{prom} - X_{bajo})/s$$ Para un valor bajo

Si T calculado es mayor que el T de la tabla 1010:I del Standard Methods edición 19, el dato se puede rechazar (para un nivel de confianza del 95% y para "n" mediciones). Debido a que se van a manejar poblaciones pequeñas se pueden rechazar como máximo dos datos; si la aplicación de este criterio da positiva para más de dos datos, el ensayo debería repetirse".

Muestra de Cálculo

[2] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 19 ed. Pp 1-2

Para Estandar medio bajo (Emb)

Dato	T
994	1.75
1000	0.25
1001	0
1002	0.25
1005	1
1006	1.25
1006	1.25

Para un nivel de significancia del 5% de la tabla 1010:I t = 2.37 para 14 medidas por lo tanto todos los valores de T son menores a t y no se rechaza ningún dato.

4.3 Cálculo de la Precisión: La precisión generalmente se expresa en términos de la **Desviación Estándar**, una vez descartados los datos. Debido a que no se descartaron datos, la precisión estaría dada por la desviación estándar calculada con todos los datos.

$$S = (\text{sumatoria } (Xi-Xprom)^2/n-1)^{1/2}$$

Donde Xi = dato obtenido durante el ensayo
Xprom = media (se usa cuando no se tiene el dato real; en este caso se tiene el dato real para los standares XR)
N = número de datos

Muestra de Cálculo para estandar bajo Eb: XR = 4.0 mg /L

Dato	**Xi-XR**	**(Xi-XR)²**
3.9	-0.1	0.01
3.9	-0.1	0.01
3.9	-0.1	0.01
4.1	0.1	0.01
4.0	0	0
3.9	-0.1	0.01
4.1	0.1	0.01
4.0	0	0

4.1	0.1	0.01
3.9	-0.1	0.01
4.1	0.1	0.01
4.0	0	0
4.0	0.1	0.01
4.0	0	0
	Sumatoria:	0.1

S= (0.1/14-1)½ = 0.09 aprox 0.1

4.4 Cálculo del Coeficiente de Variación CV:

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} * 100$$

Donde:
S : desviación estándar
--
X : promedio de los datos o media

Muestra de cálculo para estandar bajo:

*CV = (0.1*100)/4.0 = 2.5%*

4.5 Cálculo del Porcentaje de Error y la Exactitud:

$$\text{Inexactitud= \% Error} = \frac{Xexp - Xreal}{Xreal} * 100$$

Para varios datos.

$$\text{Sum } \frac{Xexp - xreal}{}$$

$$\frac{Xreal}{n} * 100$$

Exactitud = 100 – Inexactitud

Donde:
Xexp: dato experimental
Xreal: Dato real

4.6 Porcentaje de Recuperación:

4.6.1 Para Estándares:

$$\%R = \frac{\overline{C_x} - C_{Bk}}{C_A} * 100$$

Donde:

C_x = Concentración promedio de las determinaciones
C_{Bk} = Concentración del Blanco (son 14 datos)
C_A = Concentración real adicionada

Muestra de Cálculo para Estandar Bajo

$$\%R = \frac{4\text{-}0 - 0.1}{4.0} * 100 = 97.5\%$$

4.6.2 Para Muestras Reales:

$$\%R_M = \frac{\overline{C_{MA}} - C_M}{C_A} * 100$$

Donde:

C_M = Concentración promedio de la muestra no adicionada

C_{MA} = Medida de la concentración en la muestra adicionada
C_A = Concentración conocida adicionada a la muestra

Los resultados obtenidos para cada una de las variables estadísticas citadas anteriormente, se resumen en la siguiente tabla:

Tabla No. 2: Parámetros estadísticos obtenidos del proceso de validación

Muestra	Promedio mg / L	S mg / L	CV %	%Error	Exactitud	% R promedio
Bk	0.1	0.06	60	No aplica	No aplica	No aplica
Eb	4.0	0.09	2.5	0.0	100.0	99
Emb	1001	4	0.4	0.07	99.9	100.1
Em	4995	14	0.28	-0.001	100.0	99.9
Ema	10005	45	0.45	0.05	99.9	100.0
Ea	19963	278	1.4	0.2	100.0	99.8
M1	128	4.4	3.4	No aplica	No aplica	No aplica
M1Ab	132	3.2	2.4	No aplica	No aplica	200%
M1Aa	7500	27	0.36	No aplica	No aplica	99.6%

4.7 Límite de Detección del Método:

4.7.1 Límite Práctico de Detección:

$$LDM = \overline{CEb} + t(n-1) * s$$

Donde:

CEb = Promedio de la concentración del estándar bajo
s = desviación estándar
t(n-1) = valor crítico para 13 datos de pruebas de discordancia de 5 por 100 (Tabla 1010:I)

Entonces: *LDM = 4.0 + 2.33 * 0.09*

LDM= 4.2 mg/L Límite Práctico de Detección

4.7.2 Límite de Detección calculado con los blancos:

$$LDM = \overline{Bk} + t(n-1) * s$$

LDM= 0.2 mg/L Límite de Detección calculado con Blancos

Comparando los dos Límites de Detección calculados, se puede ver que el LD calculado con los Bk (0.2 mg/L) es menor que el LD calculado con los Eb (4.2 mg/L), pero analizando los valores obtenidos para el Coeficiente de Variación que fueron de 60% para los Bk y 2.5% para los Eb se concluye que el LD calculado con los Bk no es aplicable porque existe demasiada variación en los resultados de los blancos, así que para fines prácticos se debe trabajar con LD calculado con los Eb, que además tiene un %Error del 0.0% y una exactitud igual a 99.%.

5 PROCESAMIENTO DE UNA MUESTRA CERTIFICADA:

Dando cumplimiento al requisito de validación de un método, de procesar por lo menos una muestra certificada de concentración desconocida por el analista, se llevó a cabo en el mes de Octubre el análisis de un patón preparado por el CEPIS y evaluada por el IDEAM.
Los resultados fueron enviados por correspondencia Dirigida al Dr. Alberto de Jesús Arias, Director General de la CARDER, el 5 de Noviembre de 2002.

El resultado es el siguiente:

VALOR DE REFERENCIA	VALOR REPORTADO	S	%ERROR	EXACTITUD (%)
30.0	37.0	4	23.3	76.7
96.0	109.0	9	13.5	86.5

6 DISCUSIÓN DE RESULTADOS:

- Aplicando el criterio de la **PRUEBA ESTADÍSTICA " T "** que se unificó para descartar los datos dudosos, se descartó un dato (Dia 1º de M.R. con adición alta). El valor obtenido fue 7210. Esto se debió a que el crisol utilizado ese día solo permitió tomar una alicuota de 10ml. Por lo tanto para los días siguientes se emplearon crisoles mas grandes que permitieron tomar una muestra mas representativa (20ml).
- os porcentajes de error calculados de los estándares, tuvieron valores aceptables porque fueron menores al 10%, límite dado por el protocolo de validación, oscilando entre 0.0% y 0.07%. De lo anterior se deduce que la exactitud fue bastante alta, encontrándose entre 99.0 y 100.0.

- Para la muestra certificada los % de error dieron mayores al 10% lo que podría explicarse con el hecho de que no se pudieron procesar duplicados; lo cual no permite hacerle un tratamiento estadístico a los datos antes de reportar. Variaciones debidas a transporte o almacenamiento, también pudieron influir en la calidad del patrón. Sin embargo dentro de la forma de calificación y rango aceptable para la prueba (ver informe: prueba definitiva de evaluación de desempeño del 5 de Nov. de 2002) la prueba tuvo una calificación satisfactoria.

- El CV calculado nunca fue mayor al 10%, por lo cual se puede concluir que la precisión fue buena.

- Al hacer un ejercicio de comparación entre el límite de detección calculado con los blancos (0.2 mg/L con un CV= 60%) con el calculado empleando el estándar bajo (4.2 mg/L con un CV= 2,5%), se puede ver que el LD calculado con los blancos no es aplicable porque existe demasiada variación en los resultados debido a la incertidumbre en la pesada, así que para fines prácticos se debe trabajar con el LD calculado con el estándar bajo.

- Del trabajo experimental se concluye que la principal fuente de error estaría en la toma de una alícuota representativa de la muestra, debido a que no es igual de fácil homogeneizar una muestra sintética que una real, esto puede observarse en la dispersión de los porcentajes de recuperación de M.R. con respecto a las sintéticas. para obtener las mismas características en todos los ensayos; por lo tanto es recomendable en el momento de tomar

la muestra real para ser sometida al análisis retirar los sólidos flotantes y no recolectarla cerca de espumas y grasas que pueda haber en el lugar del muestreo.

- Con base en los resultados anteriores y en la experiencia adquirida durante el proceso de validación se recomienda filtrar volúmenes grandes de muestra cuando la concentración es baja (1000 a 2000 mL) para minimizar el error.

7. CONCLUSIONES:

Los parámetros estadísticos que se obtuvieron durante el proceso de validación del método **Sólidos Suspendidos Totales** en el Laboratorio den Análisis de Aguas de la CARDER fueron los siguientes:

Muestra	Promedio mg / L	S mg / L	CV %	%Error	Exactitud	% R promedio
Bk	0.1	0.06	60	No aplica	No aplica	No aplica
Eb	4.0	0.09	2.5	0.0	100.0	99
Emb	1001	4	0.4	0.07	99.9	100.1
Em	4995	14	0.28	- 0.001	100.0	99.9
Ema	10005	45	0.45	0.05	99.9	100.0
Ea	19963	278	1.4	0.2	100.0	99.8
M1Aa	7500	27	0.36	No aplica	No aplica	99.6

M1Ab	132	3.2	2.4	No aplica	No aplica	200

LIMITE DE DETECCION DEL METODO: 4.2 mg/L

8. BIBLIOGRAFÍA:

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 19 ed., New York, 1995. pp 2-53 a 2-58.

- Análisis Químico Cuantitativo. Ayres H. Gilbert. Editorial Harla, Madrid, 1978. pp 14 a 20.

- Informe Final de validación. Método gravimétrico sólidos suspendidos totales. IDEAM. I.Q. Ana María Hernandez.Santa Fé de Bogotá. 16 de Septiembre de 1999.

- Procedimiento para la validación de métodos analíticos LACP002

ELABORADO:MARTHA ISABEL LOPEZ RUIZ	**FECHA:11/07/02**
REVISADO:LINA MARCELA URIBE	**FECHA:12/07/02**
AUTORIZADO:	**FECHA:**