

Manual práctico de calidad en los laboratorios

Enfoque ISO 17025 (2.^a edición)

Salvador Sagrado
María José Medina

Emilio Bonet
Yolanda Martín



AENOR **ediciones**

ÍNDICE

15	1.3.4 BINOMIO CALIDAD-DOCUMENTACIÓN Y SISTEMAS DE CALIDAD	4
18	1.3.5 BINOMIO CALIDAD-AUDITORIA	4
18	ESTRUCTURA DE LA CALIDAD DEL IBC	4
20	GESTIÓN INFORMÁTICA DE LA CALIDAD (GIC)	4
	1.5.5 TIPOS DE INFORMACIÓN Y NOTIFICACIONES	5
	1.5.6 PROTOCOLO	5
21	ACREDITACIÓN DE LABORATORIOS NORMA ISO 17025	5
22	CONCEPTO DE ACREDITACIÓN DE LABORATORIOS	5
22	2.1.1 ACREDITACIÓN, CERTIFICACIÓN Y HOMOLOGACIÓN	5
23	2.1.2 CUESTIONES SOBRE ACREDITACIÓN	5
23	2.1.3 CARACTERÍSTICAS DE ACREDITACIÓN	5
	PRESENTACIÓN	XV
	PARTE I TEMAS	
	(TABLAS-RESUMEN)	
1	CALIDAD Y CALIDAD EN EL LABORATORIO	3
1.1	CONCEPTO DE CALIDAD	4
	1.1.1 FACETAS DE LA CALIDAD. CALIDAD DE GESTIÓN Y CALIDAD TÉCNICA	5
	1.1.2 EL BINOMIO CALIDAD-NORMA. SISTEMAS DE CALIDAD	6
	1.1.3 IMPORTANCIA DE LA CALIDAD	6
	1.1.4 CUESTIONES SOBRE CALIDAD	7
	1.1.5 ENFOQUES SOBRE CALIDAD	7
	1.1.6 FUENTES DE INFORMACIÓN SOBRE CALIDAD	8
1.2	LA CALIDAD EN EL LABORATORIO	9
	1.2.1 LOS SISTEMAS BPL E ISO	9
	1.2.2 ISO 17025 <i>VERSUS</i> ISO 9001. EL LEC	10
	1.2.3 CALIDAD Y TIPO DE ENTIDAD	10
1.3	BINOMIOS DE CALIDAD	12
	1.3.1 BINOMIO NORMA-CLIENTE	12
	1.3.2 BINOMIO LABORATORIO-CLIENTE	12
	1.3.3 BINOMIO CALIDAD-MEDIO AMBIENTE.	12
	LA NORMA ISO 14001	13

1.3.4	BINOMIO CALIDAD-DOCUMENTO.....	13
1.3.5	BINOMIO CALIDAD-AUDITORÍA.....	18
1.4	ESTRUCTURA DE LA CALIDAD DEL LEC.....	18
1.5	GESTIÓN INFORMATIZADA DE LA CALIDAD (LIMS)	20
2	ACREDITACIÓN DE LABORATORIOS. NORMA ISO 17025.....	21
2.1	CONCEPTO DE ACREDITACIÓN DEL LEC	22
2.1.1	ACREDITACIÓN, CERTIFICACIÓN Y HOMOLOGACIÓN	22
2.1.2	CUESTIONES SOBRE ACREDITACIÓN	23
2.1.3	CARACTERÍSTICAS DE LA ACREDITACIÓN	23
2.1.4	ELEMENTOS DE LA ACREDITACIÓN	24
2.2	LA ENTIDAD NACIONAL DE ACREDITACIÓN (ENAC).....	24
2.2.1	DESCRIPCIÓN.....	24
2.2.2	DIMENSIÓN INTERNACIONAL DE LA ACREDITACIÓN	25
2.3	DOCUMENTOS RELATIVOS A LA ACREDITACIÓN.....	26
2.3.1	TIPOS DE DOCUMENTOS. GRADO DE REVISIÓN.....	26
2.3.2	NORMAS ESPAÑOLAS, EUROPEAS E INTERNACIONALES	26
2.3.3	CRITERIOS Y GUÍAS PARA LA ACREDITACIÓN DEL LEC.....	29
2.4	LA NORMA UNE-EN ISO/IEC 17025	29
2.4.1	ARMONIZACIÓN	29
2.4.2	CONTENIDO DE LA NORMA ISO 17025	30
2.4.3	IMPACTO DE LA NORMA ISO 17025	32
2.5	PROCESO DE ACREDITACIÓN DEL LEC	32
2.5.1	SOLICITUD DE ACREDITACIÓN.....	32
2.5.2	AUDITORÍA DE ACREDITACIÓN	34
2.5.3	OBTENCIÓN DE LA ACREDITACIÓN	36
2.5.4	LA ASESORÍA DE CALIDAD	36
3	CUALIMETRÍA	39
3.1	CONCEPTO DE CUALIMETRÍA. ANÁLISIS DE DATOS.....	40
3.1.1	ORGANIZACIÓN DE DATOS	43

3.1.2	ESTADÍSTICA UNIVARIANTE, BIVARIANTE Y MULTIVARIANTE.....	44
3.1.3	DATOS ESPECIALES	49
3.1.4	VISUALIZACIÓN DE DATOS. TOMA DE DECISIONES	49
3.1.5	TIPOS DE INFORMACIÓN Y SOFTWARE.....	51
3.1.6	PROTOCOLO PARA ANÁLISIS DE DATOS	53
3.2	ANÁLISIS DE DATOS UNIVARIANTE.....	54
3.2.1	ESTADÍSTICOS DESCRIPTIVOS	54
3.2.2	FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN.....	55
3.2.3	TEST DE NORMALIDAD ISO	55
3.2.4	TEST DE DATOS ANÓMALOS ISO	56
3.3	TOMA DE DECISIONES.....	57
3.3.1	TESTS DE COMPARACIÓN.....	57
3.3.2	ANOVA	58
3.4	ANÁLISIS DE DATOS BIVARIANTE	60
3.4.1	REGRESIÓN	60
3.4.2	REGRESIÓN LINEAL.....	60
3.4.3	CALIBRACIÓN.....	61
3.4.4	TESTS DE COMPARACIÓN EN REGRESIÓN	62
4	CUALIMETRÍA AVANZADA	64
4.1.	¿EL FUTURO DE LA CALIDAD?.....	64
4.1.1	CARACTERÍSTICAS DE LA CUALIMETRÍA AVANZADA.....	64
4.1.2	CALIDAD MULTIVARIANTE	66
4.2	REGRESIÓN BIVARIANTE CONSIDERANDO INCERTIDUMBRE. BLS ...	68
4.3	ANÁLISIS EXPLORATORIO MULTIVARIANTE	69
4.3.1	CONTROL DE FACTORES EN PROCESOS MULTIVARIANTES. EFA	69
4.3.2	MODELO PCA.....	69
4.4	REGRESIÓN MULTIVARIANTE	70
4.4.1	MODELOS DE REGRESIÓN	70
4.4.2	MODELO PLS.....	71
4.5	TRANSFERENCIA DE CALIBRACIÓN	74

5	VALIDACIÓN	75
5.1.	CONCEPTO Y ALCANCE DE LA VALIDACIÓN.....	76
5.1.1	ELEMENTOS DE LA VALIDACIÓN	76
5.1.2	NOMENCLATURA Y ALCANCE DE LA VALIDACIÓN	76
5.2	VALIDACIÓN DE MÉTODOS	78
5.2.1	CUESTIONES SOBRE VALIDACIÓN	78
5.2.2	TAREAS RELATIVAS A LA VALIDACIÓN	80
5.2.3	EL BINOMIO REQUISITO-CARACTERÍSTICAS DEL MÉTODO	81
5.3	TIPOS DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS.....	82
6	VALIDACIÓN INTERNA DE MÉTODOS	83
6.1	PROCESO DE VALIDACIÓN INTERNA	84
6.1.1	DIAGRAMA DEL PROCESO DE VALIDACIÓN	84
6.2.1	DOCUMENTOS OPERATIVOS DE VALIDACIÓN.....	85
6.2	CARACTERÍSTICAS DEL MÉTODO. CRITERIOS DE VALIDACIÓN	85
6.2.1	CONFIRMACIÓN DE IDENTIDAD. SELECTIVIDAD/ESPECIFICIDAD	86
6.2.2	INTERVALOS DE TRABAJO Y LINEAL	87
6.2.3	LÍMITE DE DETECCIÓN	89
6.2.4	LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN	90
6.2.5	EXACTITUD.....	91
6.2.6	PRECISIÓN	93
6.2.7	ROBUSTEZ	94
6.2.8	RECUPERACIÓN	95
6.3	ESTRATEGIAS DE VALIDACIÓN	96
6.3.1	GRADO DE VALIDACIÓN	96
6.3.2	SELECCIÓN DE CARACTERÍSTICAS A VALIDAR	97
7	ESTUDIOS INTERLABORATORIO	99
7.1	TIPOS DE ESTUDIOS INTERLABORATORIO.....	100
7.2	ESTUDIOS COLABORATIVOS. REPRODUCIBILIDAD	101
7.3	ENSAYOS DE APTITUD	103
7.3.1	ASIGNACIÓN DEL VALOR DE REFERENCIA A LA MUESTRA	104
7.3.2	PROCESO DE UN ENSAYO DE APTITUD.....	105

8	CONTROL DE CALIDAD	107
8.1	CONTROL DE CALIDAD Y GRÁFICOS DE CONTROL.....	108
8.2	TIPOS DE GRÁFICOS DE CONTROL.....	109
8.3	CONTROL DE CALIDAD MULTIVARIANTE.....	112
	8.3.1 GRÁFICOS DE CONTROL MULTIVARIANTES.....	112
	8.3.2 GRÁFICOS DE CONTROL PSEUDOUNIVARIANTES.....	113
9	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE	115
9.1	CONCEPTO DE INCERTIDUMBRE.....	116
9.2	INCERTIDUMBRE E ISO 17025.....	117
9.3	FUENTES DE INCERTIDUMBRE.....	118
	9.3.1 MÉTODOS DE REFERENCIA.....	119
	9.3.2 MATERIALES DE REFERENCIA.....	120
	9.3.3 CALIBRACIÓN Y OTRAS OPERACIONES.....	121
	9.3.4 EQUIPOS.....	122
	9.3.5 MUESTREO.....	123
9.4	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE. ENFOQUES.....	124

PARTE II
ANEXOS

ANEXO 1.1A	SIGLAS.....	131
ANEXO 1.1B	ABREVIATURAS.....	132
ANEXO 1.2	ORGANIZACIONES (ACREDITACIÓN, NORMAS, DOCUMENTOS)...	133
ANEXO 1.3	BIBLIOGRAFÍA (COMENTADA).....	134
ANEXO 1.4	EJEMPLO DE MANUAL DE CALIDAD.....	135
ANEXO 1.5	EJEMPLO DE LISTADO DE PEE.....	142
ANEXO 1.6	EJEMPLO DE PEE.....	143
ANEXO 1.7	EJEMPLO DE HOJA DE CONTROL-PEE.....	146
ANEXO 1.8	EJEMPLO DE LISTADO DE PEQ.....	148
ANEXO 1.9	EJEMPLO DE PEQ.....	149
ANEXO 1.10	EJEMPLO DE HOJA DE CONTROL-PEQ.....	152

ANEXO 2.1 EJEMPLO DE NORMA DE ENSAYO QUÍMICO	156
ANEXO 2.2 EJEMPLO DE NORMA DE CONTENIDO ESTADÍSTICO	157
ANEXO 2.3 ALCANCE DE ACREDITACIÓN-LE (ENSAYOS QUÍMICOS)	158
ANEXO 2.4 ALCANCE DE ACREDITACIÓN-LC	159
ANEXO 2.5 INFORME INCLUYENDO LA “MARCA DE ACREDITACIÓN”	160
ANEXO 3.1A SÍMBOLOS DE CARÁCTER PRÁCTICO PARA ESCALARES	162
ANEXO 3.1B SÍMBOLOS DE CARÁCTER MATEMÁTICO PARA ESCALARES	163
ANEXO 3.2 NOMENCLATURA SOBRE VARIABLES	164
ANEXO 3.3 ESTADÍSTICA DESCRIPTIVA UNIVARIANTE.	
TENDENCIA CENTRAL	165
ANEXO 3.4 ESTADÍSTICA DESCRIPTIVA UNIVARIANTE. DISPERSIÓN	166
ANEXO 3.5 NOMENCLATURA RELACIONADA CON	
LA ESTADÍSTICA CLÁSICA	167
ANEXO 3.6 ESTADÍSTICA DESCRIPTIVA UNIVARIANTE. DISTRIBUCIÓN	168
ANEXO 3.7 TEST DE NORMALIDAD ISO (RANKIT)	169
ANEXO 3.8 TEST DE DATOS ANÓMALOS ISO (GRUBBS)	170
ANEXO 3.9 TESTS DE COMPARACIÓN	171
ANEXO 3.10 CRITERIOS EN MODELOS DE REGRESIÓN LINEAL	174
ANEXO 3.11 TESTS DE COMPARACIÓN EN REGRESIÓN LINEAL	176
ANEXO 4.1 ESTADÍSTICOS EN MODELOS PCA	178
ANEXO 4.2 ESTRATEGIAS PLS	180
ANEXO 6.1 EJEMPLO DE PEV-VALIDACIÓN INTERNA	182
ANEXO 6.2 EJEMPLO DE REGISTRO DE VALIDACIÓN INTERNA	187
ANEXO 6.3 CONFIRMACIÓN DE IDENTIDAD. SELECTIVIDAD/ESPECIFICIDAD...	190
ANEXO 6.4 INTERVALOS DE TRABAJO Y LINEAL	191
ANEXO 6.5 LÍMITE DE DETECCIÓN	192
ANEXO 6.6 LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN	193
ANEXO 6.7A EXACTITUD (RANGO-CONC. ESTRECHO)	194
ANEXO 6.7B EXACTITUD (RANGO-CONC. AMPLIO)	195
ANEXO 6.8 PRECISIÓN	196

ANEXO 6.9 ROBUSTEZ	197
ANEXO 6.10 RECUPERACIÓN.....	198
ANEXO 7.1 REPRODUCIBILIDAD DE UN MÉTODO (ESTUDIO COLABORATIVO)	200
ANEXO 7.2 ANÁLISIS DE DATOS EN ENSAYOS DE APTITUD	201
ANEXO 8.1A GRÁFICOS DE CONTROL DE MEDIAS Y RANGOS.....	204
ANEXO 8.1B GRÁFICOS DE CONTROL COMPLEMENTARIOS	205
ANEXO 9.1 EJEMPLO DE PEV-ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE	208
ANEXO 9.2 ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE CENTRADA EN LOS DATOS DE ENTRADA	213
ANEXO 9.3 ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE CENTRADA EN ESTUDIOS COLABORATIVOS.....	214
ANEXO 9.4 ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE CENTRADA EN VALIDACIÓN INTERNA	215
ANEXO 9.5 ESTIMACIÓN DE LA VARIANZA DE MUESTREO	217
ANEXO Dis.....	219
ANEXO Dis DISTRIBUCIONES DE PROBABILIDAD	220
ANEXO Dis1 DISTRIBUCIÓN Z.....	221
ANEXO Dis2 DISTRIBUCIÓN t	222
ANEXO Dis3 DISTRIBUCIÓN F (1-COLA).....	223
ANEXO Dis4 DISTRIBUCIÓN F (2-COLAS)	224
ANEXO Dis5 CÁLCULO DE VALORES CRÍTICOS VÍA SOFTWARE	225
ANEXO Dis6 VALORES CRÍTICOS. TEST DE COCHRAN. COMPARACIÓN DE VARIANZAS	226
ANEXO Dis7 VALORES CRÍTICOS. TEST DE GRUBBS PARA DATOS ANÓMALOS.....	227

PARTE III

CASOS PRÁCTICOS COMENTADOS

EJERCICIOS TEMA 3.....	231
EJERCICIOS TEMA 4.....	279

EJERCICIOS TEMA 6	303
EJERCICIOS TEMA 7	319
EJERCICIOS TEMA 8	325
EJERCICIOS TEMA 9	335
CASOS PRÁCTICOS GENERALES	341
ANEXO DAT. DATOS EMPLEADOS EN LOS EJERCICIOS	359
DOCUMENTOS 'ACTIVOS' RELATIVOS AL PRESENTE MANUAL	377