

**DISEÑO DEL SISTEMA DE ASEGURAMIENTO DE CALIDAD EN LOS
PROCESOS DEL LABORATORIO DE LA EMPRESA GRIFFIN S.A.**

**FERNEY ARMESTO PASSO
VICTOR BARRAZA JIMENEZ
EDUARDO ESTRADA DE LA CRUZ**

**MONOGRAFÍA PRESENTADA COMO TRABAJO FINAL DE LA ASIGNATURA
DE INVESTIGACIÓN VIII**

**ASESOR:
HUGO MERCADO**

**CORPORACIÓN EDUCATIVA MAYOR DEL DESARROLLO SIMÓN BOLÍVAR
FACULTAD INGENIERIA
PROGRAMA DE INGENIERIA INDUSTRIAL
BARRANQUILLA
2004**

Nota de aceptación:

Firma del Jurado

Barranquilla, 30 noviembre 2004



El siguiente trabajo lo dedicamos a Dios principalmente quien nos brinda la sabiduría y entendimiento en nuestra vida y a aquellas personas que nos colaboraron en su desarrollo y realización gracias a sus buenos consejos; a GRIFFIN DE COLOMBIA S.A. que nos colaboró en el suministro de la información que fue de vital importancia para su ejecución.

AGRADECIMIENTOS

A todas aquellas personas que colaboraron en su desarrollo, quienes aportaron los conocimientos necesarios para que esta investigación se llevara adelante y contribuyera al mejoramiento y control del laboratorio de Griffin De Colombia S.A.

Las siguientes personas participaron en forma directa se debe logro alcanzado.

Licenciada Cecilia Morán

Ing. Jaime Fuentes

Ing. Hugo Mercado

Ing. Químico Rafael García.

CONTENIDO

| | Pág. |
|--|-----------|
| INTRODUCCION | |
| 1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA | 11 |
| 1.1 DESCRIPCION DEL PROBLEMA | 11 |
| 1. FORMULACION DEL PROBLEMA | 15 |
| 2. JUSTIFICACION | 18 |
| 3. OBJETIVOS | |
| 3.1 OBJETIVO GENERAL | 18 |
| 3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS | 18 |
| 4. MARCO REFERENCIAL | 19 |
| 4.1 MARCO HISTORICO | 19 |
| 4.2 MARCO TEORICO | 20 |
| 4.2.1 EL MANUAL DE GARANTIA DE CALIDAD | 23 |
| ➤ CALIBRACION Y CALIDAD | 25 |
| ➤ PROGRAMAS DE CALIBRACION | 27 |
| 4.2.2 MANEJO DE MATERIALES DENTRO DE LA PLANTA | 37 |
| 4.3. MARCO CONCEPTUAL | 42 |
| 5. DISEÑO METODOLOGICO | 44 |
| 5.1 TIPO DE INVESTIGACION | 44 |

| | | |
|------------|--|-----------|
| 5.2 | METODO | 44 |
| 5.3 | POBLACION Y MUESTRA | 44 |
| 5.4 | TECNICA DE RECOLECCION | 45 |
| 6. | CRONOGRAMA | 51 |
| 7. | PRESUPUESTO | 52 |
| 8. | ESTRUCTURA DE LOS CAPITULOS | 53 |
| 9. | DESARROLLO DE CAPITULOS | 54 |
| ➤ | ANÁLISIS PUNTOS CRITICOS PROCESO MANZATE – KARMEX | 54 |
| ➤ | PUNTOS CRITICOS DELPROCEDIMIENTO DEL MUESTREO | 58 |
| ➤ | VARIABLES DE MEDIDAS Y DECISIONES DE ASEPTACION | 62 |
| 10. | ANÁLISIS DE RESULTADOS | 63 |
| 11. | CONCLUSIONES | 64 |
| 12. | RECOMENDACIONES | 65 |
| 13. | BIBLIOGRAFIA | 66 |
| 14. | ANEXO | 67 |

LISTA TABLAS Y ANEXOS

| | Pág. |
|--|-------------|
| Tabla de cronograma de actividades | 51 |
| Tabla Operacionalizacion de variables | 55 |
| Maquina de Cromatologia liquida | 68 |
| Formato de Entrevista | 69 |

INTRODUCCION

El objetivo de todo laboratorio de análisis debe ser la obtención de datos analíticos de calidad por medio del uso de mediciones analíticas que sean precisas, fiables y adecuadas a tal fin. La preocupación generalizada en los últimos años con respecto a las deficiencias observadas en las prácticas de laboratorio ha conducido a la aparición de normas (ISO, EN, UNE, etc.), principios de buenas prácticas de laboratorio (BPL), programas de aseguramiento de la calidad, etc. con el fin de estimular u obligar la adopción de principios de garantía de calidad en los laboratorios.

En el caso de los laboratorios químicos dedicados al control de calidad resulta fundamental que tengan establecido un sistema que cubra toda la gestión del lugar, así como las distintas actividades desarrolladas. Este sistema de gestión de la calidad debe abarcar desde la preparación de la toma de muestras, pasando por la ejecución de la misma, el transporte y almacenamiento de las muestras, la preparación y análisis de las mismas, el cálculo de los resultados, etc., hasta la generación del informe y archivo de los registros obtenidos.

La implantación de un sistema de gestión de la calidad deberá permitir la obtención de resultados de calidad, así como lograr el reconocimiento externo de la competencia técnica del laboratorio, a través de inspecciones o auditorías realizadas por órganos independientes con capacidad para emitir una acreditación.

La incorporación en dicha norma de requisitos de gestión procedentes, especialmente, de las Norma ISO 9000, ISO 9001, ISO 9004 ha hecho necesario el establecimiento de políticas, procedimientos, instrucciones, controles,

registros, etc. de muchos aspectos de la organización y de las actividades que se desarrollan en el laboratorio.



1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

Actualmente, el medio empresarial está caracterizado por fluctuaciones, cambios estratégicos, multiplicidad de negocios y por supuesto la alta competitividad en la industria; por lo tanto, estas deben interesarse primordialmente por poseer una excelente calidad en el portafolio de servicios que ofrece.

Son muchas las empresas que se han montado en los vientos de cambio. La globalización ha obligado a las empresas a organizar sus esquemas administrativos, productivos y poner en práctica conceptos como sistemas estratégicos enfocándolos en los nichos del mercado que le puedan abrir la posibilidad de ampliar campos para los productos ofrecidos por la empresa. La calidad del producto convierte en una buena carta de presentación en su sector productivo¹. La correcta gestión de procesos y costos muy importante para conseguir la competitividad suficiente para sobrevivir y crecer en el entorno competitivo actual.

Actualmente, las organizaciones necesitan conocer la eficacia y eficiencia de sus procesos y sus costos asociados, los costos por productos y/o servicios o por áreas de la organización. Las organizaciones están utilizando herramientas como la reingeniería de procesos, la gestión por procesos, los sistemas de costos AC, el outsourcing, etc.

La calidad del producto da a la empresa una mayor imagen y mayor posibilidad de comercio
JURAN, J.M. Y GRINA, F.M. "Análisis y planeación de la calidad". 3ª edición. México. Mc Graw Hill. 1999.

LA EMPRESA GRIFFIN DE COLOMBIA S.A., desarrolla una producción por lote, la que realiza en tres (3) turnos en el día y cada lote de producto terminado equivale aproximadamente a 2.25 toneladas, de acuerdo a los registros del departamento de producción. El laboratorio de control de calidad, tiene la función de analizar por medio de los equipos e instrumentos con que cuenta los resultados arrojados de las muestras que son llevadas durante cada lote de materia prima

Este laboratorio tiene como propósito la obtención de datos analíticos de calidad por medio del uso de mediciones que sean ciertas y confiables. En la actualidad el laboratorio de control de calidad no cuenta con un programa de aseguramiento de control de medidas que garantice la confiabilidad de los datos arrojados a través de los métodos e instrumentos de medición, e igualmente los encargados del laboratorio de control de calidad desean elevar la calidad del desempeño general del laboratorio, haciendo énfasis en la veracidad y confiabilidad de los resultados que arrojan los instrumentos mediante los procedimientos que se utilizan. Especificando que el nuevo sistema a utilizar no sea tan complicado y que les permita tener un control total de los procedimientos que este precise manejar, para identificar todos los cambios que surjan en el plan durante su ejecución; esto con el fin de identificar los elementos de la calidad que lo conforman y asegurar la calidad de las pruebas y control de procedimientos de garantía de calidad que se este practicando en el laboratorio.

En el complejo entorno empresarial actual, un elemento clave para la competitividad de la empresa son los sistemas de aseguramiento de calidad de procesos según normas ISO 9000, ASTM y la AOAC. Estas normas exigen que los laboratorios deban asignar apropiadamente estándares primarios para materiales particulares, pesos, etc., requeridos para estos trabajos.

1.2. FORMULACION DEL PROBLEMA

- 1) ¿Cómo se mejorará la calidad del proceso de las tomas de muestras en el departamento de control de calidad?
- 2) ¿Cuáles serán los puntos críticos de los procesos que se llevan a cabo en el departamento de control de calidad?
- 3) ¿De qué manera se puede evitar el atraso en el análisis de muestra de un lote?
- 4) ¿Qué tipo de técnicas se pueden utilizar para la evaluación de los datos?



2. JUSTIFICACIÓN

Teniendo en cuenta que el aseguramiento de los procesos permite generar niveles de confianza deseables respecto a los procedimientos que desarrolla una empresa; se justifica la presente investigación dado que satisface la necesidad que tiene el laboratorio de control de calidad de la empresa GRIFFIN DE COLOMBIA S.A. de demostrar que los resultados obtenidos en sus procedimientos son veraces. Así mismo, busca adoptar medidas, a corto y mediano plazo, que aseguren los procedimientos efectuados en el laboratorio de control de calidad.

Los beneficios que sustentan el programa de aseguramiento de procesos del laboratorio de control de calidad de la empresa GRIFFIN DE COLOMBIA S.A., son en su mayoría beneficios intangibles y evaluación de su importancia implica juicios subjetivos. Podemos anotar la imagen pública de la empresa, el mejoramiento de la credibilidad del laboratorio. Otros beneficios pueden ser el no tener que volver a analizar, corregir o incluso descartar datos no confiables o muestras de productos mal juzgados.

La investigación facilita una cultura de calidad, dentro del laboratorio de control de calidad. Existe el interés por aplicar métodos de investigación que propicien la observación directa de los procedimientos que se implantaran para la obtención de resultados dentro del laboratorio de control de calidad y estudiar la posibilidad de generalizar o crear un método partiendo de los resultados obtenidos en otros laboratorios de control de calidad en empresas similares.

La normalización en sí requiere de una serie de pasos sistemáticos que dependen del modelo de aseguramiento a seguir, por lo tanto la investigación será un modelo metodológico y definido y estructurado en los manuales de calidad para laboratorios de prueba.

Además, para los estudiantes investigadores esta investigación representa una profundización en el tema de calidad y la repercusión en el desempeño profesional.

3. OBJETIVOS

3.1. OBJETIVO GENERAL.

- ❖ Diseñar un sistema de aseguramiento de procesos en el laboratorio de calidad de GRIFFIN de COLOMBIA S.A. en Barranquilla

3.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

- ❖ Detectar los puntos críticos de los procesos que se desarrollan dentro del laboratorio de control de calidad de la empresa **GRIFFIN DE COLOMBIA S.A.**
- ❖ Identificar los factores de variabilidad en los procedimientos en el laboratorio de control de calidad de la empresa **GRIFFIN DE COLOMBIA S.A.** con el fin de eliminarlos.
- ❖ Actualizar los manuales de procedimientos para normalizar los procesos desarrollados dentro del laboratorio de control de calidad de la empresa **GRIFFIN DE COLOMBIA S.A.** buscando elevar la calidad general del desempeño del laboratorio.
- ❖ Analizar los datos de calidad generado por los analistas a través de técnicas como el control estadístico de proceso para detectar necesidades de aplicación.



4. MARCO REFERENCIAL

4.1. MARCO HISTÓRICO

La creciente preocupación con respecto a las tendencias en las prácticas de laboratorios analíticos, han conducido a la proliferación de reglamentos gubernamentales con relación a las buenas practicas de laboratorios analíticos¹, y al inicio de los programas de acreditación de laboratorios en general; al igual que el desarrollo de cursos de control de calidad y garantía de calidad, como de actividades similares.

Es bien sabido que s pueden presentar deficiencias serias en las operaciones de un laboratorio cuando no se dedica a la atención suficiente a la calidad del producto de trabajo. La aplicación de los controles y las verificaciones necesarias para asegurar esta calidad no es una tarea sencilla, se requiere no solo el conocimiento claro de los propósitos y operaciones de un laboratorio, sino la dedicación del personal administrativo y operativo para alcanzar niveles de excelencia.

El control de calidad aparece en Japón como una lógica de mejora continua; es decir una busque da de las fallas y eliminación de estas por acciones apropiadas para evitar que vuelvan a aparecer.

El auge de las técnicas estadísticas y los gráficos de control aplicados en grandes fabricaciones en serie, fue obra de Walter Shewart en los laboratorios de la Bel Telephone, durante los años 20.

GARFIELD, FREDERICK. "Principio de garantía de calidad para laboratorios analíticos". Edición española. Estados unidos: AOAC INTERNATIONAL, 1.993

En la segunda guerra mundial, en Estados Unidos, la industria dada las exigencias del gobierno, se vio obligada a usar el control estadístico de la calidad, pues se requería de grandes cantidades de productos a una elevada calidad, y la simple redistribución de los procesos no era suficiente para cumplir los requerimientos del estado de guerra.

Los primeros en dar pasos importantes para aumentar la calidad después de la segunda guerra mundial fueron los japoneses. Entre los cuales se destacan:

- Los cambios de la empresa eran generados directamente desde la alta gerencia.
- Todo el personal fue capacitado en temas de calidad.
- Se aplicó la tendencia de mantenimiento para evitar fallas en los procesos, entre otros.

4.2. MARCO TEORICO

Una filosofía empresarial orientada a satisfacer las necesidades y expectativas cambiantes de los clientes, mejorando continuamente todo en la organización, con la participación activa de todos, se considera como calidad total.

El enfoque moderno de la calidad requiere del conocimiento de los métodos estadísticos, con el fin de llegar a conclusiones sobre los datos obtenidos de las características de calidad evaluadas. La aplicación de métodos gráficos permite un efectivo análisis de datos y una presentación clara de resultados. "El control de calidad estadístico es la aplicación de principios y técnicas estadístico en todas las etapas de la producción, dirigido a la fabricación más económica de un producto con utilidad máxima y que tenga un mercado".

El control estadístico de los procesos aplica métodos a las mediciones y ensayos de variabilidad en cualquier proceso. La aplicación de las técnicas de control estadístico de los procesos permite el logro de los objetivos de la calidad y asegura la aplicación continua de estrategias.

Al establecer estrategias de calidad es necesario e importante definir metas de calidad a largo plazo y moldear un plan estratégico para cumplir con estas metas.

El aseguramiento de calidad de un laboratorio de pruebas, esta sustentado, en la teoría expuesta como planificación para la garantía de calidad en los laboratorios analítico; la cual ha sido desarrollada e impulsada por muchas organizaciones. Un laboratorio de análisis debe tener como propósito principal la producción de datos analíticos de alta calidad, por medio del uso de mediciones que sean precisas, confiables y adecuadas para tal fin.

No existe un solo plan, aceptado de manera general, para establecer un programa de garantía de calidad en un laboratorio. El plan no necesita ser complicado; en resumen, primero las operaciones y practicas existentes en el laboratorio deben ser evaluadas respecto a sus necesidades de asegurar la calidad de las pruebas y procedimientos de garantía de calidad que este aplicando. Segundo, se formulan los requisitos que exige la garantía de calidad y finalmente, se establecen los procedimientos para cumplir dichos requisitos.

Todo el personal del laboratorio debe participar en la planificación y desarrollo del programa. El personal operativo debe ayudar a identificar los procesos, practicas y enfoques de medición críticos dentro del laboratorio; también es responsable de mantenerse alerta a os cambios que surjan en el plan durante su ejecución.

En el establecimiento de un programa para aseguramiento de la calidad en laboratorios, es importante la identificación apropiada de los elementos de la calidad que lo conforman. A continuación se describen algunos elementos reconocidos comúnmente:

- Declaración de las políticas.
- Objetivos del programa.
- Evaluación de costo beneficios.
- Control de muestras y registros.
- Practicas de adquisición.
- Mantenimiento de equipos.
- Métodos de evaluación.
- Principios de medición.
- Seguridad y diseño del laboratorio.
- Capacitación y prácticas del personal.
- Estándares de referencia.
- Consideraciones estadísticas.
- Medidas correctivas, revisión y actualización de programas.

Un programa de garantía de calidad de un laboratorio requiere un conjunto de objetivos precisos. Estos deben ser claramente definidos y comprendidos tanto por la administración como por el personal. Son objetivos frecuentes en un programa de garantía de calidad:

- Asegurar la validez de los datos de las pruebas.

- Promover la aceptación de los datos de las pruebas por los usuarios de los servicios del laboratorio.
 - Mejorar las operaciones del laboratorio y confianza en sus resultados.
- Detectar necesidades de capacitación del personal

ADMINISTRACION DE EQUIPOS Y MATERIALES

No puede haber garantía de calidad sin atención adecuada y planeada para el manejo del equipo. Los avances en el diseño de instrumentos analíticos electrónico han servido para mejorar la calidad de las mediciones analíticas e incrementar la productividad del laboratorio. Debido a que estos aparatos son costosos y sus características varían de una fabrica a otra, se debe tener cuidado en su elección e instalación; hay que considerar muchas exigencias del laboratorio, tales como el volumen de trabajo, la experiencia del personal, la precisión y resolución requeridas, y la solidez del aparato, teniendo en cuenta la capacidad prevista de conseguir repuestos.

Antes de adquirir equipo nuevo se debe pensar seriamente con respecto a su ubicación e instalación. La mayoría de os aparatos, no es aconsejable moverlos con mas frecuencia que la absolutamente necesaria, así que se debe pensar en una ubicación no solamente satisfactoria sino relativamente permanente.

4.2.1 EL MANUAL DE GARANTIA DE CALIDAD:

Documento donde se describen las políticas y los objetivos del laboratorio, las actividades funcionales y las actividades especificas de calidad concebida para



alcanzar las metas de calidad. El manual de calidad debe aclarar la política de la administración del laboratorio, definir procedimientos y especificar responsabilidades para los componentes del programa de aseguramiento de calidad.

El manual debe ser flexible y adaptable a los cambios en los métodos, técnicas y personal. Los procedimientos descritos en el manual requieren atención constante y su cumplimiento incondicional en la aplicación diaria. El propósito de los procedimientos es facilitar la comunicación, por lo que las personas seleccionadas para escribirlo no solo deben entender los requisitos técnicos del programa sino contar con un cierto nivel para redactarlo.

Un manual de garantía de calidad debe contener por lo menos los siguientes elementos:

- Políticas para la garantía de calidad.
- Descripción del manual.
- Organización del laboratorio.
- Ambiente.
- Métodos analíticos.
- Manejo de las muestras.
- Procedimientos de auditoria.

Dentro de la norma se establecen políticas de calidad que entran a regir dentro del laboratorio de control de calidad de la empresa GRIFFIN DE COLOMBIA S.A.:

CALIBRACION Y CALIDAD

La preocupación por la calidad de los datos que se obtienen con la Medición Analítica es responsabilidad de los científicos y técnicos. Estos deben mantener en todo momento una actitud crítica sobre los valores experimentales, para garantizar su consistencia y fiabilidad. Ello se acostumbra a corregir a través de los programas de evaluación y calibración.

La calibración es una actividad directamente relacionada con las características esenciales de los resultados experimentales y más concretamente con la exactitud.

La calibración no sólo forma parte de la etapa de medida del proceso analítico, sino que además deberá tenerse en cuenta en la fase inicial de diseño o definición del modelo experimental, en la planificación del trabajo en el laboratorio de control de calidad, en la evaluación interna y externa del laboratorio, y en la presentación del resultado.

Según la Guía ISO 25, 1990 ("Recomendaciones generales relativas a la competencia de los laboratorios de calibración y de ensayos"), se define la calibración como: "el/los conjuntos de operaciones que permiten establecer, en determinadas condiciones experimentales, la relación que existe entre los valores indicados por el aparato de medida o por el sistema de medida, o los valores representados por una medida materializada, con los valores obtenidos en la medida de un valor conocido".

La calibración es una operación de comparación entre la señal o respuesta del



problema, con la de un patrón de calibración, o muestra de composición conocida. La calibración se expresa en forma de un factor de calibración, o con una serie de parámetros correspondientes a la función de una recta o curva de calibración con marcas en una escala arbitraria.

Esta definición cubre todas las operaciones de laboratorio. Se diferencia entre un aparato de medida y un sistema de medidas, siendo un aparato, por ejemplo, una balanza, y un sistema, un equipo de absorción atómica a la llama, en la cual la medida depende de una serie de sistemas, verificar parámetros (caudal de operación, pulverización, atomización, absorción de luz) que podrán ser calibrados en forma independiente, aún cuando es más ventajoso calibrar el sistema global.

El resultado de la calibración permite estimar los errores de los instrumentos o sistemas de medidas y modificar las marcas de las escalas. En la práctica se utilizan diferentes términos que, aún siendo diferentes a la calibración, se solapan y complementan. Así, entre mantenimiento, ajuste y calibración, valorización y estandarización, son operaciones con objetivos diferentes, aunque todas tienen influencia sobre la exactitud del resultado.

Según el tipo de calibración, los diferentes métodos analíticos se clasifican en:

Métodos Absolutos: La medida física se relaciona directamente con la cantidad de materia, por ejemplo, los de gravimetría.

Métodos Estequiométricos: La calibración de un reactivo permite relacionar la cantidad patrón con la cantidad del analito, por mecanismo químico. Por ejemplo, volumetría

Método Comparativo: En los que los valores obtenidos en las mismas

condiciones experimentales, para una serie de patrones y para la muestra se relacionan entre sí a través de un factor o una función de calibración. Son ejemplo de método comparativo la mayoría de las técnicas instrumentales.

Los métodos absolutos apenas necesitan calibración, sino simplemente el ajuste o mantenimiento preventivo. No por ello son menos importantes, sobre todo la calibración de la escala de la balanza analítica. La calibración en los métodos estequiométricos consiste en determinar el factor de normalidad o el título de la disolución valorante, realizando la experiencia contra patrones químicos.

Es en los métodos comparativos donde la operación se aplica con toda propiedad. Muchos métodos de análisis son sistemas de medida más o menos complejos en los que es muchísimo más fácil calibrar el sistema global que calibrar cada uno de los componentes, aunque ello añada nuevos condicionantes en la elección de los patrones. Por ejemplo, en la Espectrometría de Absorción Atómica es más práctico establecer la recta de calibrado para cada puesta en marcha del Espectrómetro y sistema de atomización, que intentar reproducir exactamente las condiciones experimentales que permiten trabajar con una recta de calibrado única. Sin embargo, es muy posible que en un futuro próximo los fabricantes de instrumentos ofrezcan sistemas más estables y reproducibles que faciliten la calibración.

PROGRAMAS DE CALIBRACION

El principal objetivo de la calibración es eliminar los errores sistemáticos; así la precisión puede ser la misma en un sistema calibrado o sin calibrar. Todas las etapas del proceso analítico, desde el muestreo hasta el último cálculo, deben

estar calibradas para asegurar que la exactitud de los resultados y que la dispersión de valores experimentales se encuentran dentro de los límites tolerados.

En el trabajo diario en los laboratorios, constantemente se utilizan instrumentos y reactivos que se supone están bajo un sistema de calibración.

Los laboratorios bien organizados en sus sistemas de calidad establecen sus propios programas y procedimientos, no sólo de mantenimiento y ajuste, sino también de calibración. Dicha calibración incluye:

a) Los aparatos que sin aportar datos para el cálculo de los resultados deben mantener valores determinados en los parámetros propios de su funcionamiento; son ejemplos, las estufas y neveras que deben mantener la temperatura programada constante dentro de un margen estricto.

b) Los instrumentos con los que se obtienen señales experimentales de las muestras que, por comparación con las señales de los patrones, se transforman en valores. Estos valores o datos se introducen en las fórmulas adecuadas para calcular el resultado final.

c) Los reactivos normalizados que reaccionan estequiométricamente con una alícuota de la muestra. Son los clásicos métodos volumétricos.

d) Los procedimientos de trabajo o conjunto de operaciones de laboratorio que, aplicadas sobre una muestra, proporcionan un resultado. Estas calibraciones se realizan mediante ejercicios ínter laboratorio, o con la utilización de materiales de

referencia certificados.

La estrategia de los programas de calibración la establece cada laboratorio según el sistema de calidad adoptado, redactando para cada caso el protocolo correspondiente.

Objetivo de la calibración y rango: Una de las causas de error más frecuente en la calibración es por desconocimiento del ámbito de aplicación y, más concretamente, de las limitaciones o casos en los que el procedimiento no es válido, con lo cual se introduce una desviación sistemática en los resultados. Lo mismo puede decirse del rango de señal o de la concentración en el que es posible interpolar los datos experimentales, evitando la extrapolación sobre valores que quedarán fuera del margen calibrado. Estos datos y advertencias deben quedar claramente expresados en la introducción del protocolo.

Unidades y forma de presentación: El resultado de una calibración es un factor o un gráfico, cuyas unidades y escalas estarán claramente explícitas, evitando expresiones ambiguas como %, sin decir que se trata de p/p o p/v. Una causa frecuente de error es suponer condiciones por defecto, como por ejemplo en la absorbancia que, generalmente es por centímetro de paso de luz. Es una buena práctica de laboratorio expresar las unidades de los datos y no confiar en que la costumbre de los científicos y técnicos del laboratorio suplirá los defectos.

Registro o certificación: Todos los datos parciales y evidentemente los finales de la calibración, deberán quedar registrados para cualquier verificación posterior. En el laboratorio debe existir un sistema fácilmente accesible que permita conocer los sucesivos resultados de los programas de calibración ajuste o mantenimiento, con la fecha y firma del responsable y las demás condiciones experimentales. Para los



aparatos de laboratorio, es práctico mantener junto al equipo una libreta en la que queden anotados los resultados de los ajustes y calibraciones, con las desviaciones observadas. En los reactivos la información puede anotarse en la etiqueta. Esta práctica permite revisar fácilmente posibles causas de error que muchas veces pueden pasar desapercibidas.

Frecuencia: No es prudente establecer normas estrictas sobre el máximo tiempo que puede transcurrir entre dos operaciones sucesivas de calibración, ajuste o mantenimiento; sin embargo, ello tampoco deberá depender de la opinión de los científicos del laboratorio, sino de criterios claramente establecidos para cada aparato o sistema a calibrar y de la experiencia acumulada en cada laboratorio.

Los sistemas de análisis ambiental, químico o biológico necesitan de una calibración muy frecuente o incluso para cada serie de medidas, a diferencia de los instrumentos de medida directa.

Es buena práctica intercalar patrones entre las muestras para verificar si el sistema se mantiene calibrado dentro de la tolerancia admitida, o si el sistema ya no proporciona respuestas correctas. El segundo supuesto, la experiencia del analista, permite decidir entre la aplicación de un programa de mantenimiento o de ajuste, o bien, de recalibración para recuperar las condiciones de trabajo correctas.

Las cartas de control son una herramienta estadística ideal para controlar la estabilidad de un sistema analítico con respecto al tiempo o al número de mediciones. Una vez calibrado el sistema, se realiza la determinación sobre un mismo patrón, registrando el resultado en la carta de control. No siempre se dispone de una muestra de referencia estable y representativa como patrón; en

estos casos las técnicas de cartas de control resultan complejas y laboriosas. La tolerancia o margen de valores entre los resultados se consideran aceptables, y es un dato que debe establecerse para cada caso, en base al riesgo tolerable, costo, medios, rapidez y otras condiciones explícitas o implícitas en la solicitud de análisis.

Patrones de referencia y de trabajo: La elección de las sustancias de referencia o patrones, sobre las que establece la relación entre señal y cantidad de materia, constituye la tarea más importante en un programa de calibración y debe resolverla el científico por sí mismo en muchos casos. En los sistemas de análisis complejos, la matriz de la muestra debe reproducirse en los patrones, para asegurar un comportamiento idéntico en todo el sistema. Por ejemplo, en Espectrometría de Absorción Atómica a la llama, debe cuidarse la viscosidad, tensión superficial, residuo seco, volatilidad, etc., parámetros que aún siendo independientes de la concentración, pueden afectar al valor de la señal.

Pero si la selección de los patrones es importante, todavía lo es más su correcta utilización. Las sustancias de referencia pueden perder la garantía o certificación por una manipulación poco cuidadosa o simplemente por un tiempo de almacenamiento en condiciones desfavorables. Por esta razón en el manual de calidad del laboratorio deberán explicarse las condiciones para la utilización y almacenamiento de los patrones, y en cada procedimiento de calibración especificar las condiciones particular como la caducidad, así como algún método para comprobar que las sustancias patrón siguen conservando las características establecidas.

Trazabilidad: Según la norma ISO 25-1990, se define como: "La propiedad del resultado de una medida por la que es posible relacionarlo con los patrones

correspondientes, sean nacionales o internacionales, a través de una cadena interrumpida de comparación". En última instancia, en el mismo sistema SI, estos patrones son el gramo, el segundo y metro, cada uno perfectamente definido y al que debe poder referirse en última instancia el resultado. En química analítica por ejemplo la última referencia puede ser el peso, por lo que el perfecto ajuste y calibrado de la balanza analítica constituye la piedra fundamental en la mayor parte de los análisis.

La trazabilidad en Química Analítica no es tan fácil de establecer como en metrología mecánica o física en general, pues en muchos procedimientos la cadena de comparación se rompe en operaciones que, como la extracción, son de muy difícil reproducibilidad, aunque sean repetibles si se respetan las condiciones a todo el procedimiento analítico.

Evidentemente cuando más lejos llegue un laboratorio de control de calidad en demostrar la trazabilidad de sus resultados, mayor será la fiabilidad de éstos.

Según las recomendaciones de las Buenas Prácticas de Laboratorio, la trazabilidad deberá demostrarse documentalmente a través de los datos originales, de los registros certificados y, en definitiva, a través de los procedimientos normalizados de trabajo utilizados. El concepto de trazabilidad también puede aplicarse al sistema de documentación del laboratorio, tanto en la disponibilidad de procedimientos normalizados de trabajo como en el registro de resultados y, muy especialmente, en la relación entre los diferentes documentos. Los auditores de calidad en los laboratorios suelen poner especial interés en verificar la trazabilidad de un resultado, pues con ello se revisa un sistema de calibración y sistema de documentación interna en el laboratorio.

Procedimientos de calibración: En general el procedimiento operativo para ejecutar la calibración es semejante al un procedimiento analítico, e incluso en muchos casos en una repetición del mismo esquema analítico. Se trata de realizar una serie de acciones en una secuencia determinada, registrando los valores o actuando sobre algún dispositivo mecánico o electrónico del aparato. Cada técnica analítica tiene su propio método de calibración, que el usuario debe conocer y saber ejecutar. Los tres grupos de técnicas analíticas, establecidos según el procedimiento de calibración se indican a continuación.

Procedimientos Absolutos: Suelen ser los más sencillos, y se superponen con las operaciones de ajuste. Se trata de relacionar la señal del instrumento con una magnitud física y colocar la marca o escala del aparato en la posición correcta respecto al resultado de la calibración. Son ejemplos los siguientes:

- 1) Calibrar una balanza con una pesa certificada.
- 2) Calibrar una pipeta por pesada del agua destilada vertida entre las marcas.
- 3) Calibrar la escala de longitud de onda de un espectrofotómetro UV-VIS con la disolución de CrO_4^{2-} .
- 4) Calibrar la escala del refractómetro con agua.
- 5) Calibrar la constante de célula de un conductímetro con la disolución de KCL.

Procedimiento Estequiométricos: Se llevan mediante reactivos valorados o normalizados, que se relacionan con las muestras perfectamente conocidas a través de determinados aspectos químicos.

La calibración consiste en aplicar exactamente el mismo procedimiento analítico sobre una sustancia patrón, de pureza garantizada. La relación entre el peso de patrón y el volumen de reactivo se expresa en términos de normalidad o de factor

de concentración. La estabilidad del reactivo condiciona la frecuencia con la que debe repetirse la calibración, operación que en estos casos también se denomina estandarización o normalización del reactivo.

Procedimientos Comparativos: En ellos se establece una función de calibración aplicando el mismo procedimiento de medida a patrones y a muestras. Así como los métodos estequiométricos la relación se mantiene a través de un reactivo normalizado, en los procedimientos comparativos es una función (numérica o gráfica) que permite establecer la relación. A diferencia de los procedimientos absolutos, aquí el sistema de medida es más complejo y es correcto incluir en una misma función la calibración una serie de variables, que deben mantenerse constantes para la calibración y medida, de manera que si se modifica alguna de estas variables experimentales se invalida la función de calibración y ésta deberá repetirse. La mayoría de los procedimientos instrumentales utilizados para análisis químico son sistemas complejos, pues el acoplamiento entre la muestra y el dispositivo de medida, o el sensor que proporciona la señal, incluye una serie de operaciones a realizar en condiciones de trabajo muy estrictas. Esta es la razón por la que en los sistemas de análisis complejos la matriz de los patrones es una variable tan importante como su concentración, para conseguir garantizar su correspondencia con la muestra. Así es lógico pensar que cada tipo de muestra pueda necesitar patrones diferentes, aunque la especie química a determinar sea la misma.

Comparación entre Patrones y Muestras: Los resultados de la aplicación de un procedimiento analítico sobre patrones en condiciones establecidas deberán tratarse numérica o gráficamente para establecer la función que relaciona la señal analítica con la cantidad de sustancia que ha generado, y así poder deducir la

concentración de las muestras a través de su señal. La Matemática, y especialmente la Estadística, proporcionan las herramientas de cálculo para establecer la relación entre señal y la cantidad de sustancia (Y frente X). Pueden encontrarse en los tratados de Química Analítica y en libros especializados como el de J.C. Miller and J.N. Miller. En algunos casos el error en la escala de Y no es constante con el valor, es decir que la dispersión en la señal suele ser mayor cuanto mayor es la concentración de sustancia. En estos casos los puntos de la recta tienen diferente peso sobre la precisión de la ordenada del origen y de la pendiente. Existen procedimientos para calcular rectas ponderadas, que siendo más complejos (pues se necesita conocer la dispersión de la señal para cada uno de los patrones) no suelen mejorar la exactitud de los resultados, aunque si su precisión que es más real.

Límite de Detección: Uno de los puntos característicos de la recta de calibrado es la señal para la concentración cero, que puede tener diferente significado si corresponde a la medida realizada sobre los reactivos sin la muestra (prueba en blanco de los reactivos). O bien, se realiza sobre la muestra sin alguno de los reactivos esenciales (prueba en blanco de la matriz de la muestra). Las explicaciones que puedan darse a la desviación desde cero hacia valores positivos o negativos de la señal para las pruebas en blanco, constituyen un buen índice del grado de conocimiento que el científico posee del procedimiento analítico. Ambas señales de las pruebas en blanco suelen acumularse sobre las de la muestra, aunque de manera diferente a las señales de los patrones, por lo que es más prudente mantener estos valores en la representación de la recta de calibrado, y sustraer al resultado de concentración del correspondiente a la prueba en blanco. La señal de la prueba en blanco también presenta errores experimentales y, por lo tanto, una dispersión de valores que afectan al límite de detección del

procedimiento. Así como la pendiente de la recta de calibrado es un índice de la sensibilidad del procedimiento analítico, la precisión de esta pendiente y la de la ordenada en el origen establecen el límite de detección, o sea la cantidad mínima de sustancia detectable cuantitativamente. El valor del límite de detección se establece con criterios de probabilidad de cometer error por asignar un valor a la señal de un blanco, o bien por asignar el valor del blanco (no detectable) cuando en realidad la muestra contiene cantidad significativa de sustancia. También aquí la estadística proporciona diversos modelos para establecer estos límites, según el grado de seguridad que se desee alcanzar. En algunas técnicas instrumentales se llama "ruido de fondo" a la dispersión de la señal del blanco, estableciéndose como límite de detección la concentración que da una señal doble o triple respecto a la señal de fondo. Es incorrecto utilizar expresiones como "no detectable", "ausencia" o "0", como resultado correspondiente a señales iguales a la prueba en blanco, siendo correcto decir que el resultado de una señal no diferenciable de la prueba en blanco es "inferior al límite de detección", cuyo valor se ha determinado previamente.

Adiciones Patrón: Para ganar seguridad en la utilización de las rectas de calibrado, o sea, de la correcta similitud en el comportamiento de patrones y problemas, es aconsejable el método de las adiciones estándar. Las dudas suelen plantearse en los sistemas analíticos complejos o para las muestras con matrices difícilmente reproducibles en los patrones, cual es el caso de alimentos, muestras biológicas o del medio ambiente, y evidentemente cuando concurren las dos circunstancias, por ejemplo, en la determinación de metales pesados por Absorción Atómica en aguas residuales. La duda surge al no disponer de muestras de la misma matriz pero sin contaminación del metal, para utilizarla en la preparación de los patrones de calibración. Una solución es preparar los patrones



con la misma muestra. Para ello se toman varios volúmenes iguales de la disolución a analizar, añadiendo a algunas de ellas cantidades perfectamente conocidas de la especie química de determinar y todas las alícuotas se enlazan al mismo volumen. Con ello se dispone de una serie de preparaciones que contienen, además de la cantidad problema (no conocida), las cantidades adicionadas, incluyendo la adición cero y valores que cubren el margen de linealidad. El método de las adiciones se apoya en dos premisas no siempre válidas; una es suponer que en el sistema analítico los patrones adicionados se comportan de la misma forma que lo hace la sustancia contenida en la muestra, pues no podemos asegurar que correspondan a la misma especie o combinación química (estado de oxidación o de complejación, etc.). Otra suposición es que la relación señal/ concentración mantiene la misma función lineal (concretamente la misma pendiente) fuera del margen calibrado, pues se deduce la concentración por extrapolación. Si con el método de las adiciones patrón se detecta interferencia, se recomienda modificar las condiciones experimentales o utilizar modificaciones de matriz para eliminar o reducir al mínimo la interferencia.

4.2.2 MANEJO DE MATERIALES DENTRO DE LA PLANTA

Las normas estándar para el manejo de materiales muestran en forma clara los procedimientos tenidos en cuenta a la hora de realizar cualquier traslado de materia prima a un determinado lugar. En la planta de GRIFFIN DE COLOMBIA S.A. es prioritario ese manejo ya que de lo contrario se presentarían problemas de alteración de compuestos que por el factor demora y no tener en cuenta los tiempos los cuales por observación se hace necesario analizarlo y determinar posibles causas de deterioro.

Se debe contar con una estructura sólida que puede estar representada por una buena distribución de planta, lo cual permite la libre circulación dentro de esta y su acceso rápido y seguro al laboratorio.

El laboratorio debe estar bien acondicionado, ofreciéndose un ambiente sano y libre de contaminación lo cual es prioritario y recomendado en las buenas practicas de laboratorio.

Los manejos de muestras se aplican en forma independiente lo cual permite ofrecer garantías a la hora de ofrecer rapidez en las entregas.

El aseguramiento de calidad de un laboratorio de pruebas, está sustentado, en la teoría expuesta como planificación para la garantía de calidad en laboratorios analíticos; la cual ha sido desarrollada e impulsada por muchas organizaciones.

Un laboratorio de análisis debe tener como propósito principal la producción de datos analíticos de alta calidad, por medio del uso de mediciones que sean precisas, confiables y adecuadas para tal fin.

BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO

BPL es un set de reglas, de procedimientos operacionales, y prácticas establecidas y promulgadas por determinados organismos como la Organization for Economic Cooperation and Development (OCDE), o la Food and Drug Administration (FDA) de los Estados Unidos que se consideran de obligado cumplimiento para asegurar la calidad e integridad de los datos producidos en determinados tipos de investigaciones o estudios. Esto surge debido a que a fines

de los años 1960 las agencias reguladoras encontraron grandes discrepancias en los datos dirigidos a ellas por distintos laboratorios. Efectivamente, había caso de laboratorios que no operaban con protocolos y la información sólo estaba en forma oral, con reportes que eran incompletos y no contaban con documentos de procedimientos estandarizados.

Era necesario entonces realizar un mejor trabajo, tanto en el manejo y desarrollo de estudios e informes como en los reportes de los laboratorios. Las BPL abarcan todos los eslabones de un estudio o investigación, y para ello se precisa que previamente se haya establecido un Plan de Garantía de la Calidad. Para cubrir la duración de todo el estudio se establece "un sistema planificado de actividades", cuyo diseño o finalidad es asegurar que el plan de garantía se cumple. Se incluye las dos definiciones más usuales de BPL.

OCDE: "Las BPL es todo lo relacionado con el proceso de organización y las condiciones técnicas bajo las cuales los estudios de laboratorio se han planificado, registrado, controlado y supervisado.

AOAC: "Las BPL son un conjunto de reglas, procedimientos operativos y prácticos establecidas por una determinada organización para asegurar la calidad y la rectitud de los resultados generados por un laboratorio". Las normas BPL constituyen, en esencia, una filosofía de trabajo, son un sistema de organización de todo lo que de alguna forma interviene en la realización de un estudio o procedimiento encaminado a la investigación de todo producto químico o biológico que pueda tener impacto sobre la especie humana. Las normas inciden en cómo debe trabajar a lo largo de todo el estudio, desde su diseño hasta el archivo.

Principales aspectos cubiertos por las BPL. (Según las descripciones de Goldman):

1.-Facilidades Adecuadas. Desde el punto de vista del trabajo, para que éste pueda ser realizado por los trabajadores en forma segura y apropiada. Se debe contar con suficientes salas, para que el personal trabaje sin limitaciones de espacio. El propósito y el tipo de producto a analizar deben ser considerados en el espacio de un laboratorio.

2.- Personal Calificado. Es importante contar con personal calificado. Esto es una decisión de manejo basado en el trabajo de calidad.

3.- Equipamientos Mantenidos y Calibrados. Emplear equipos mantenidos y calibrados de manera apropiada, con registros de los mantenimientos.

4.- Procedimientos Estándares de Operación (SOPs). Procedimientos operacionales estándares escritos. Ellos aseguran que cada operador obedezca a un único procedimiento al mismo tiempo, porque no es lo mismo dar indicaciones en forma oral, o decir que se sigan indicaciones que aparecen en alguna literatura, donde muchas veces la traducción no es la más adecuada. Lo mejor es seguir instrucciones que se encuentran por escrito.

Es importante que esta práctica se observe tanto para las operaciones de muestreo como para las del procedimiento analítico, porque es una manera de asegurar que la muestra, y la conservación están en condiciones para el análisis. Se debe considerar que: sólo lo que está escrito existe.

A continuación se mencionan algunos procedimientos estándar de operación que

hacen referencia a tópicos estudiados anteriormente.

- 1) Se debe poner atención que siempre los procedimientos e instrucciones deben estar explícitamente indicadas.
- 2) Anotar los datos y observaciones en un cuaderno, no en papeles sueltos
- 3) Asegurar que muestras, estándares y reactivos han sido etiquetados.
- 4) Siempre usar material de vidrio limpio.
- 5) Nunca calentar el material calibrado de vidrio.
- 6) Usar reactivos para análisis, a menos que se estipule lo contrario, y que todos los reactivos contengan garantía de sus límites máximos de impureza.
- 7) Hacer muestras en duplicado, como análisis, cuando sea posible.
- 8) Tener en cuenta de no contaminar estándares, y de muestras.
- 9) Evaluar críticamente todas las mediciones y reacciones si algo está sospechoso.
- 10) Usar los métodos estándar para evaluar datos cuantificados



4.3. MARCO CONCEPTUAL

A continuación se presenta la definición de los conceptos que son fundamentales para el desarrollo satisfactorio de la investigación.

Acreditación del laboratorio: reconocimiento normal, por una organización independiente, con bases científicas, de que un laboratorio es competente para realizar pruebas específicas.

Calidad: grado de satisfacción y deleite logrado en los clientes.

Causa: es una razón probada de la existencia del defecto.

Control de procesos: costo de inspección y prueba en proceso para determinar el estado del proceso y no aceptación del producto.

Control estadístico de procesos: aplicación de los métodos estadísticos a la medición y análisis de la variación en cualquier proceso.

Estadística: es la recolección, organización, análisis, interpretación y presentación de datos.

Exactitud: es el grado de proximidad entre el resultado de una medida y el valor verdadero o esperado de una determinación cuantitativa de la sustancia en cuestión.

Garantía de calidad: actividades planeadas y diseñadas para lograr que las



actividades de control de calidad se ejecuten correctamente.

Lote: cantidad de material con composición similar cuyas propiedades están bajo estudio.

Manual de calidad: Es un documento que establece la política de calidad y describe el sistema de calidad de una organización, es decir, identifica las políticas y objetivos de la institución, las actividades funcionales y actividades específicas de calidad concebidas para alcanzar las metas de calidad deseadas para la operación del sistema.

Muestra de laboratorio: muestra tomada con la intención de hacer pruebas o análisis. Preparada a partir de una muestra global. La muestra de laboratorio debe conservar la composición de la muestra global. La muestra de laboratorio debe conservar la composición de la muestra global.

Muestra global: uno o más incrementos de instrumentos tomados de una cantidad mayor de material con el propósito de obtener registros o hacer análisis preliminares.

Precisión: es el grado de proximidad entre las medidas que se efectúan repetitivamente y en forma independiente.

Trazabilidad: es la propiedad del resultado de una medida por la que es posible relacionarlo con los patrones correspondientes, sean nacionales o internacionales, a través de una cadena interrumpida de comparación.

5. DISEÑO METODOLOGICO

5.1 TIPO DE INVESTIGACIÓN.

La investigación se puede definir como un estudio descriptivo-propositivo debido a que se van a describir las características esenciales de un conjunto de procesos que son desarrollados en el laboratorio de control de calidad de la empresa Griffin DE COLOMBIA S.A.; para diseñar un sistema de aseguramiento de procesos que contribuya a la credibilidad y confiabilidad de las medidas.

5.2 MÉTODO

Además de la observación también se utilizara el método deductivo como herramienta en el proceso investigativo, dado que se utilizará toda la teoría referente a normas que rigen el aseguramiento de los procesos en laboratorios (NTC ISO 9003, AIHA); para aplicarlo en el aseguramiento o normalización de los de los procesos desarrollados en el laboratorio de control de calidad de la empresa GRIFFIN DE COLOMBIA S.A.

El método deductivo será utilizado también en la aplicación de algunas técnicas conocidas sobre el control estadístico de procesos.

5.3 POBLACIÓN Y MUESTRA

La investigación se lleva a cabo en el laboratorio de control de calidad de la empresa GRIFFIN DE COLOMBIA S.A., del cual hacen parte:

Un gerente de control de calidad, un químico cromatógrafo y ocho analistas los

cuales trabajan en tres turnos al día con una rotación continua.

Para la investigación se decidió tomar como muestra toda la población debido a que es posible abarcarla completamente, aumentando la confiabilidad de los resultados de la investigación.

5.4 FUENTES Y TECNICA DE INVESTIGACION

En el proceso investigativo se desarrollo la observación, como tarea fundamental para tener una idea con respecto a los procedimientos desarrollados en el laboratorio de control de calidad, es decir, la finalidad de la observación será establecer las características generales de los procesos que se desarrollan dentro del laboratorio de control de calidad.

La observación será también un método para la obtención de los datos, que podrán ser sometidos a análisis, con el objetivo de encontrar las variables que estén contribuyendo a que se presenten errores en los procedimientos, que tienen como propósito la obtención de datos analíticos dentro del laboratorio de control de calidad.

5.5 FUENTES Y TÉCNICAS PARA LA RECOLECCIÓN DE LA INFORMACIÓN

Fuentes de información primaria:

- a) Entrevista con el jefe de laboratorio.
- b) Entrevista con los técnicos de laboratorio.
- c) Encuesta (diagnostico actual).

- d) Coordinador de calidad y cromatografía.
- e) Observación de los procesos que se desarrollan en el laboratorio.

☑ FUENTES DE INFORMACIÓN SECUNDARIA:

Es decir, fuentes que brindan datos de tipo conceptual, que permite tener una visión general del tema; no información directa relacionada con el laboratorio de control de calidad de la empresa **GRIFFIN DE COLOMBIA S.A.**

- ✓ Internet.
- ✓ Libros relacionados con el control total de la calidad.
- ✓ Proyectos de grado referentes al área de calidad.
- ✓ Revistas, periódicos.

ENTREVISTA

1) ¿EXISTEN VARIABLES QUE PUEDAN AFECTAR LOS PROCEDIMIENTOS DE CALIDAD?

La variabilidad de la medición puede o no ser incluida en el estimado del sigma usado para el calculo de la capacidad del proceso, sin embargo, es importante que la inclusión o exclusión del error de medición sea claramente intencional o especificado en los resultados reportados, este a su vez puede intervenir de manera clara en los procedimientos de calidad, porque alteraría la información suministrada al laboratorio y se presentarían fallas al destino de la muestra.

El muestreo es el proceso de tomar una porción de un material para su análisis ideal, la muestra debería realmente representar al material desde el cual fue tomada.



La muestra debe mantener su integridad con respecto a las características, medidas y el acto del muestreo no debería cambiar la química de la muestra. El muestreo debe proveer datos de medición a bajo costo en el material, con riesgos conocidos y controlados, es esta la variable fundamental de todo sistema de control en los procedimientos de laboratorio de control de calidad.

2) ¿EXISTE DENTRO DE LA PLANTA UN MECANISMO DE MUESTREO QUE PROPOCIONE UNA BUENA INFORMACION PARA EL LABORATORIO?

Como se dijo anteriormente se requiere de un muestreo para que los procedimientos se lleven acabo de forma real y no se presente inconveniente a la hora de entregar resultados.

El plan de aceptación de lotes requiere de buena disponibilidad de aceptación al rechazo.

El proceso industrial químico la población muestreada para aceptación de productos es usualmente un lote. Para control de proceso, la población muestreada es generalmente función del tiempo del proceso esto trae como consecuencia un factor que es necesario para la agilización de la producción: el tiempo.

3) ¿QUE TIPO DE PLAN SE PRESENTA PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DEL LABORATORIO?

No existe un solo plan de manera general, para establecer un programa de calidad



en un laboratorio. El plan no necesita ser complicado; en resumen, primero las operaciones y practicas existentes en el laboratorio deben ser evaluadas respecto a sus necesidades de asegurar la calidad de las pruebas y procedimientos de garantía de calidad que este aplicando.

Segundo se formulan los requisitos que exigen la garantía de calidad finalmente se establecen los procedimientos para cumplir dichos requisitos.

Todo el personal de laboratorio debe participar en la planificación y desarrollo del programa. El personal operativo debe ayudar a identificar los procesos, práctica y enfoques de medición críticos dentro del laboratorio de control de calidad; también es responsable de mantenerse alerta a los cambios que surjan en el plan durante su ejecución.

4) ¿SE PRESENTA ACTUALMENTE EL LABORATORIO CON DEFICIENCIA DE OPERACIÓN DE EQUIPOS?

Dentro del laboratorio de control de calidad se han mantenido ciertas políticas tendientes a disminuir las fallas en los equipos ya que consideramos el laboratorio como el corazón de nuestros procesos.

No puede haber garantía de calidad sin atención adecuada y planeada para el manejo del equipo. Los avances en el diseño de instrumentos analíticos, electrónicos, han servido para mejorar la calidad de las mediciones e incrementar la productividad del laboratorio. Debido a que estos aparatos son costosos y sus características varían de una fabrica a otra se debe tener cuidado en su selección e instalación; hay que considerar muchas exigencias del laboratorio de control de

calidad tales como el volumen de trabajo, la experiencia del personal, la precisión y la solución requerida y la solidez del aparato, teniendo en cuentas la capacidad prevista de conseguir repuestos.

Un mantenimiento preventivo es importante para reducir los defectos de funcionamiento, además se permiten ajustes oportunos y lo más importante, aseguran menos y menores daños en losa equipos e incrementan la confiabilidad en los sistemas de medición. El mantenimiento preventivo incluye probar especificaciones, calibración, limpieza, reacondicionamiento, ajustes y pruebas.

Es importante destacar que la no adquisición de equipos avanzados pueden limitar seriamente la competencia técnica del trabajo.

5. ¿QUE TIPO DE PROCESOS SE LLEVAN A CABO EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD?

Dentro de la planta se llevan acabo procesos tales como:

- **PROCESO DE PRODUCCION DEL MANZATE**

El manzate es un producto agrícola de acción fungicida, su ingrediente activo es el Mancozeb, el cual consiste en una coordinación del Ion Zinc con el Etilen-bis-ditio-carbonato de manganeso.

Su presentación como producto final es variada en concentración de ingrediente activo y características físicas, polvo mojable y gránulos dispersables. El proceso del Manzate, consta de las siguientes etapas:



- Síntesis de Amobam
- Precipitación de Macozeb
- Filtración del macozeb
- Formulación del manzate
- Secado y transporte neumático del producto seco

- ***PROCESO DE PRODUCCION DEL KARMEX.***

Los procesos actuales son los más importantes y son los que requieren mayor cuidado en su elaboración. Estos consisten en la formulación del ingrediente activo Diurón y compuestos inertes, se trata de una mezcla física, partiendo de las siguientes etapas:

- Formulación y molienda.
- Granulado del producto formulado.
- Secado y selección del producto granulado.
- Empaque.

6. CRONOGRAMA

| | |
|---|----------|
| PLAN DE TRABAJO | 139 días |
| DIAGNOSTICO DE LA SITUACION ACTUAL | 5 días |
| Técnicas de interrogatorio | 3 días |
| Encuesta de los requisitos de un sistema de calidad. | 2 días |
| Graficas de control | 21 días |
| Análisis de repetibilidad y reproducibilidad en cromatografía líquida | 15 días |
| Capacidad del proceso | 7 días |
| Políticas de calidad | 14 días |
| Descripción del manual de garantía de calidad | 9 días |
| Descripción del laboratorio | 10 días |
| Personal | 9 días |
| Métodos analíticos y procedimientos | 12 días |
| Actualización | 8 días |
| Manejo de muestras | 9 días |
| Informe de los resultados analíticos | 8 días |
| Diagnostico y acciones correctivas | 7 días |

7. PRESUPUESTO

Para el desarrollo de este proyecto se contó con el respaldo de la Gerencia de control de calidad de la Empresa GRIFFIN DE COLOMBIA S.A., para comprometerla con el desarrollo de este estudio, y se contó con la disposición para suministro de la información que se requiriera.

Recursos Físicos

El proyecto podrá ser patrocinado por la empresa. Se estima que se incurrirá en los siguientes tipos de gastos:

| | |
|---|-------------------|
| Gastos de transporte y gastos de viaje | \$ 600,000.00 |
| Gastos de papelería y otros útiles de oficina | 300,000.00 |
| Adquisición de material bibliográfico | <u>100,000.00</u> |
| Total Recursos Físicos | 1, 000,000.00 |

Igualmente se contó con el apoyo de dos personas de la empresa para ayudar en las labores de recolección de información y su correspondiente análisis y consignación.

Estas personas estuvieron dedicadas al proyecto, 2 horas diarias

CAPITULOS

CAPITULO 8 ESTUDIO TECNICO

ANALISIS PUNTOS CRITICOS DEL PROCESO MANZATE – KARMEX

Varios aspectos se pueden considerar en el proceso de elaboración del Manzate – Karmex:

- El proceso en sí es delicado, lo que requiere un adecuado manejo de las sustancias químicas que entran a hacer parte del proceso.
- Los procesos se realizan en forma interdependiente, es decir, la dependencia entre un proceso y otro afecta en forma directa el paso a seguir en el proceso.
- Una vez conseguido el mezclado y posterior procesamiento de empaque se dificulta la obtención de resultados casi en forma precisa, dicho de otro modo es más fácil realizar un seguimiento antes y después de cualquier mezcla.
- Una vez que el lote es sacado a prueba y llevado previamente al departamento de calidad se obtienen los resultados que indican si este debe o no ser reprocesado, esto a su vez representa pérdidas en el manejo, proceso, y rechazos de empaques que fueron utilizados.

La medición y análisis se realiza en forma adecuada, las fallas detectadas se generan cada vez que factores de tipo interno en las tuberías de transporte por presión resultan húmedos afectando directamente el producto.

Las muestras son llevadas a los laboratorios para ser analizadas sin pensar antes que estas pueden presentar fallas a la orden de producción.

Los seguimientos continuos a estos procesos resultan casi rigurosos y en forma inmediata se realizan las acciones correctivas en las fallas presentadas.

debilidad casi potencial. Este a su vez es medible y como tal representa el punto de partida para mejorar este punto critico. La revisión casi continua permitiría que los datos se convirtieran en fuente de información de vital confianza y seguridad, logrando que el cliente como destino final del proceso perciba la conformidad de lo que compra.

ESTUDIO DEL MERCADO

El cliente se convierte en el destino final de todo proceso productivo, y de su satisfacción depende el logro del objetivo común trazado.

Esta satisfacción indica el grado de aceptación que se obtiene al acertar en forma directa con el control que se va a llevar a cabo entre las partes interesadas en logro de los objetivos.

El manejo del cliente se proyecta confrontando la conformidad del producto a lo largo de todo el proceso hasta que este es llevado a sus manos, permitiéndole en todo caso sugerir sobre el producto ofrecido y las dificultades que este le pueda presentar en su utilización, pero no es solo que el cliente se vea motivado, es el conjunto de factores que interactúan entre si, lo cual resulta beneficioso para

DIAGRAMA PROCESO PRODUCTO MANZATE - KARMEZ PISTA N° 2



| PROCESO | DESCRIPCION | TIEMPO (min) | PROCESO | DESCRIPCION | TIEMPO (min) | MAQUINARIA |
|---|---|--------------|---|---|--------------|---|
|  | P.S. N° 06 - 059 Preparar una solución saturada de carbonato de sodio al 17% | 30 min. |  | P.S. N° 06 - 013 Determinar el Screen test (Mallas). manzate, Karmez. | 30 min. | Mezcladores |
|  | Reposo | 10 min. |  | P.S. N° 06 - 014 Sedimentar en tubo largo (Lts.) | 20 min. | Homogenizadoras compactas |
|  | P.S. N° 06 - 060 Preparar una solución saturada de fluoruro de sodio al 4.8 % | 20 min. |  | Reposo | 27 min. | Mezcladores internos |
|  | Reposo | 8 min. |  | P.S. N° 06 - 015 dejar en tiempo de humedecido estático | 30 min. | Filtradores |
|  | P.S. N° 06 - 061 Preparar una solución de agua durex 336 PM. | 15 min. |  | P.S. N° 06 - 016 Determinación de agua total por balanza Mettler P C 220 de humedad para % de sólidos. | 15 min. | Medidor de partículas |
|  | Reposo | 5 min. |  | Verificar humedad. | 17 min. | Detector de polvo y humedad |
|  | P.S. N° 06 - 062 Preparar una solución indicadora de Timol - Blue. | 25 min. |  | P.S. N° 06 - 017 Estandarizar el mediador del PH. | 25 min. | Detector de CSO |
|  | Reposo | 8 min. |  | POLA - 018 Reporte de liberación del producto. | 35 min. | Controladores automáticos de control de secado. |
|  | P.S. N° 06 - 011 aplicar método de determinación de espumas al Karmex polvo | 25 min. |  | POLA - 019 determinar mediante método de sólidos suspendidos en licor madre. | 15 min. | Medidor de partículas |
|  | Análisis de método | 35 min. |  | P. S. N° 06 - 022 Determinar metomil. | 16 min. | Filtradores |
|  | P.S. N° 06 - 012 Verificar estabilidad de suspensión, sedimentación española. | 25 min. |  | P.S. N° 06 - 024 Dispersión para manzate 200 DF y Karmex procedimiento general para la operación del equipo de cromatografía HPLC - WALTERS 2690, inyección de muestras.. | 25 min. | Máquina de analisis de cromatografía líquida |
|  | POLA - 127 Determinación del exeso de manganeso en el agua de filtración. | 25 min. |  | P.S. N° 06 - 025 Elaboración de los certificados de análisis | 45 min. | Softwares y Filtradores |
|  | Análisis de método | 35 min. |  | P.S. N° 06 - 026 Recibir, almacenar, entregar y devolución de materias primas y materiales de empaque. | 1 h, 25 min. | Tolvas de expulsión por gravedad y presión |

ambas partes¹. Los clientes al recibir el producto final ofrecido, casi en forma inmediata sugieren, ya sea el cumplimiento o la calidad del producto y la capacidad de la empresa por que esta satisfacción se logra en forma contractual. En base a esto se hace importante el mantener al mercado sujeto a plena satisfacción ya que un cliente perdido es difícil volver a recuperarlo, siendo este punto clave para la organización². El proceso que se lleva cabo con los clientes consiste en el reenvío de muestras que por factor tiempo pudieron haberse deteriorado y este a su vez contribuye en la mejora de dicho producto con el aporte de información vital que conduce a retroalimentar las fuentes de información en donde aparecen consignadas fallas que de un modo se controlan.

1 Normas ICONTEC 8.2 Medición y seguimiento Pág. 56

2 ICONTEC 8.2.1.2 Medición y seguimiento de la satisfacción del cliente.



En base a esto se hace importante el mantener al mercado sujeto a plena satisfacción ya que un cliente perdido es difícil volver a recuperarlo, siendo este punto clave para la organización². El proceso que se lleva cabo con los clientes consiste en el reenvío de muestras que por factor tiempo pudieron haberse deteriorado y este a su vez contribuye en la mejora de dicho producto con el aporte de información vital que conduce a retroalimentar las fuentes de información en donde aparecen consignadas fallas que de un modo se controlan.

² ICONTEC 8.2.1.2 Medición y seguimiento de la satisfacción del cliente.

**DIAGRAMA DE PROCESO ACTUAL
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD GRIFFIN DE COLOMBIA S.A.**

| ITEM | PROCESO | TIEMPO (min., Seg.) |
|---|---|---------------------|
|  | Tomar la muestra lote terminado. | 5.40 |
|  | Transportar al Laboratorio de control de Calidad. | 3.3 |
|  | Inspeccionar el tipo muestra y se verifica su peso (380 grs. aprox.). | 5 min. |
|  | Dejar la muestra en reposo para posterior análisis. | 30 min. |
|  | Análisis de la muestra, mediante los procedimientos normalizados. | 30 min. |
|  | Aceptar o rechazar la muestra según orden de jefe laboratorio. | 1 h |

Fig. 1

9.2 VARIABLE DE MEDIDAS Y DECISIONES DE ACEPTACION:

La variabilidad de medición se basa en la repetibilidad y reproductividad de medidas. La repetibilidad se refiere a la variabilidad en los resultados reportados medidos a la vez, en el mismo equipo, por el mismo operador, etc.; es decir la cercanía del acuerdo entre los resultados de mediciones sucesivas de la misma magnitud por medir, efectuadas en las mismas condiciones de medición. La reproductividad se refiere a la variabilidad adicional en los resultados reportados medidos en diferentes tiempos, en diferentes equipos, por diferentes operarios, etc.; es decir, la cercanía del acuerdo entre los resultados de mediciones de la misma magnitud por medir, efectuada bajo diferentes condiciones de medición cambiadas.

La medición puede ser responsable por el 50% o más de la variación observada, la cual es la suma de un valor verdadero y un error fortuito por el proceso de medición. La variabilidad de medición puede o no puede ser incluida en el estimado de la sigma usado para el cálculo de la capacidad del proceso; sin embargo, es importante que la inclusión o exclusión del error de medición sea claramente intencional y especificada en los resultados reportados.

10. ANÁLISIS DE RESULTADOS

La variabilidad de la medición estimada con el cálculo del sigma, calcula la capacidad del proceso con la importancia de inclusión y exclusión del error de medición tomado una muestra su integridad con respecto a las características el cual debe proveer datos fundamentales de todo sistema de control de calidad. A pesar que no existe un solo plan de manera general para establecer un programa de calidad en un laboratorio.

Todo personal de laboratorio debe participar en la planificación y desarrollo del programa.

Dentro del laboratorio de control de calidad se mantienen ciertas políticas pendientes a disminuir las fallas en los equipos ya que se consideran el laboratorio como el coraje de los procesos. Esta claro que no puede haber garantía de calidad su atención adecuada y planeada para el manejo del equipo, se tiene en cuenta 2 procesos del MANZATE (Producto agrícola de acción funguicida) procesos del KARMEX (Formulación del ingrediente activo Diuron y compuestos inertes) mezcla física.



CONCLUSIONES

1. El objetivo primordial de todo laboratorio químico dedicado a la evaluación de muestras, debe obtener resultados de calidad, difícilmente será alcanzable si el laboratorio no tiene implantado un adecuado sistema de gestión de calidad que cubra las diferentes actividades que en el mismo se desarrollan, así también difícilmente logrará alcanzar el reconocimiento externo de la competencia técnica del laboratorio por el órgano competente a través de una acreditación

2. El sistema de gestión de la calidad en los laboratorios de Control de Calidad debe abarcar desde preparación de la toma de muestras, pasando por la ejecución de la misma, el transporte y almacenamiento, preparación y análisis de las muestras, hasta la generación del informe y archivo de los registros obtenidos.

RECOMENDACIONES

- 1). Dentro del proceso fabricación del Manzate - Karmex se pudo apreciar tendencias riesgosas a modificar sus propiedades debido a influencias delicadas de humedad interna y otro factor de tipo externo que tiende a alterar en porciones menores los procedimientos ya preestablecidos. Para ello es recomendable realizar un premuestra antes de sacar un lote.
- 2). La aplicabilidad de las tendencias medibles solo dependen del resultado obtenido por el departamento de control de calidad, dado que este es regido por las normas estándares de calidad, se hace necesario una revisión interna y externa de los procedimientos estudiados ya que la norma establece la revisión continua del sistema para detectar posibles fallas buscando la mejora continua de los procesos.
- 3). El manejo de los clientes es pieza fundamental para el sostenimiento de la empresa para ello es necesario recomendar una tendencia participativa más completa para que los tipos de fallas mas regulares que se puedan presentar sean manejadas de acuerdo con las sugerencias que estos plantean.
- 4). El proceso de embalaje establece pautas y normas que tienden a calificar el comportamiento del empaque ante el producto, esto con el propósito de que la conservación del producto sea eficaz, ya que se presentarían dificultades al tomar decisiones que tiendan a cambiar a ultima hora dichos empaques, estos errores comúnmente se cometen, sin tener en cuenta que el producto asigna así mismo su comportamiento reactivo ente el empaque, siendo este el ultimo paso del proceso es importante en el reposo del producto terminado para tomar la muestra.



BIBLIOGRAFÍA

ASOCIACIÓN QUÍMICA COLOMBIANA. "ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE MEDIDAS QUÍMICAS". Santa fé de Bogotá 1.993.

ENAC. CGA-ENAC-LE Rev. 5, febrero 1997. Criterios Generales de Acreditación Competencia Técnica de los Laboratorios de Ensayo.

GARFIELD, FREDERICK. "Principio de garantía de calidad para laboratorios analíticos". Edición española. Estados unidos: AOAC INTERNATIONAL, 1.993.

JURAN, J. M. Y GRINA, F. M. "Análisis y planeación de la calidad". 3ª edición. México. Mc Graw Hill. 1999.

MARTÍ, A. Aspectos analíticos en la toma de muestras. Transporte y conservación. INSHT, Madrid, Documento Técnico N°19, 1983

Otras Fuentes de información.

NORMAS ISO 9000. Sistemas de aseguramiento de calidad

www.improven-consultores.com

LABORATORIOS DE SEGURIDAD Y MEDIDAS, Colmer Guillamón

REQUISITOS DE CONFIRMACIÓN METROLOGICA DEL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD, Jenes Romero mayoral.

ANEXOS

FORMATO DE ENTREVISTA

ENTREVISTA REALIZADA AL

Ing. Químico Rafael García

- 1) ¿EXISTEN VARIABLES QUE PUEDAN AFECTAR LOS PROCEDIMIENTOS DE CALIDAD?**

- 2) ¿EXISTE DENTRO DE LA PLANTA UN MECANISMO DE MUESTREO QUE PROPOCIONE UNA BUENA INFORMACION PARA EL LABORATORIO?**

- 3) ¿QUE TIPO DE PLAN SE PRESENTA PARA GARANTIZAR LA CALIDAD DEL LABORATORIO?**

- 4) ¿SE PRESENTA ACTUALMENTE EL LABORATORIO CON DEFICIENCIA DE OPERACIÓN DE EQUIPOS?**

- 5. ¿QUE TIPO DE PROCESOS SE LLEVAN A CABO EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD?**