



XXV Congreso Argentino de la Ciencia del Suelo



Jornada PROINSA 2016

# Gestión de Equipos de Laboratorio

[carreira.daniel@inta.gov.ar](mailto:carreira.daniel@inta.gov.ar)

Río Cuarto, 29 de junio de 2016



Ministerio de Agroindustria  
Presidencia de la Nación

- Importancia del control de equipos. Definiciones
- Requisitos normativos (ISO 9001– ISO/IEC 17025 - ISO 10012 – USP 37<1058> - ILAC G24 – ILAC G5)
- Calificación equipos 4Q (USP 37 <1058>)
- Programas de mantenimiento, calibración y verificación (ILAC G24 – ILAC G5)
- Registros
- Ejemplos

# Componentes de la calidad de resultados

4-Control  
final con MR

3-Verificación de la "idoneidad"  
del sistema de medida

2-Validación métodos analíticos

1-Calificación de los instrumentos de medida

# Componentes de la calidad de resultados

1. Es la confirmación mediante **evidencia documentada** de que el desempeño del instrumento es adecuado para el propósito establecido (4Q) y que se encuentra bajo control (mantenimiento y calibración)
2. Es la confirmación mediante **evidencia documentada** de que el desempeño del método analítico es adecuado para el propósito establecido. (exactitud, precisión, sensibilidad, especificidad, repetibilidad, linealidad, robustez)
3. Verificación de que el sistema trabaja según las expectativas de desempeño y los criterios establecidos según cliente, norma, disposición legal, etc.....¿criterio agronómico?
4. Control final de la trazabilidad del sistema mediante instrumentos estandarizados, estándares y MR ...¿controles interlaboratorios?

# Definiciones

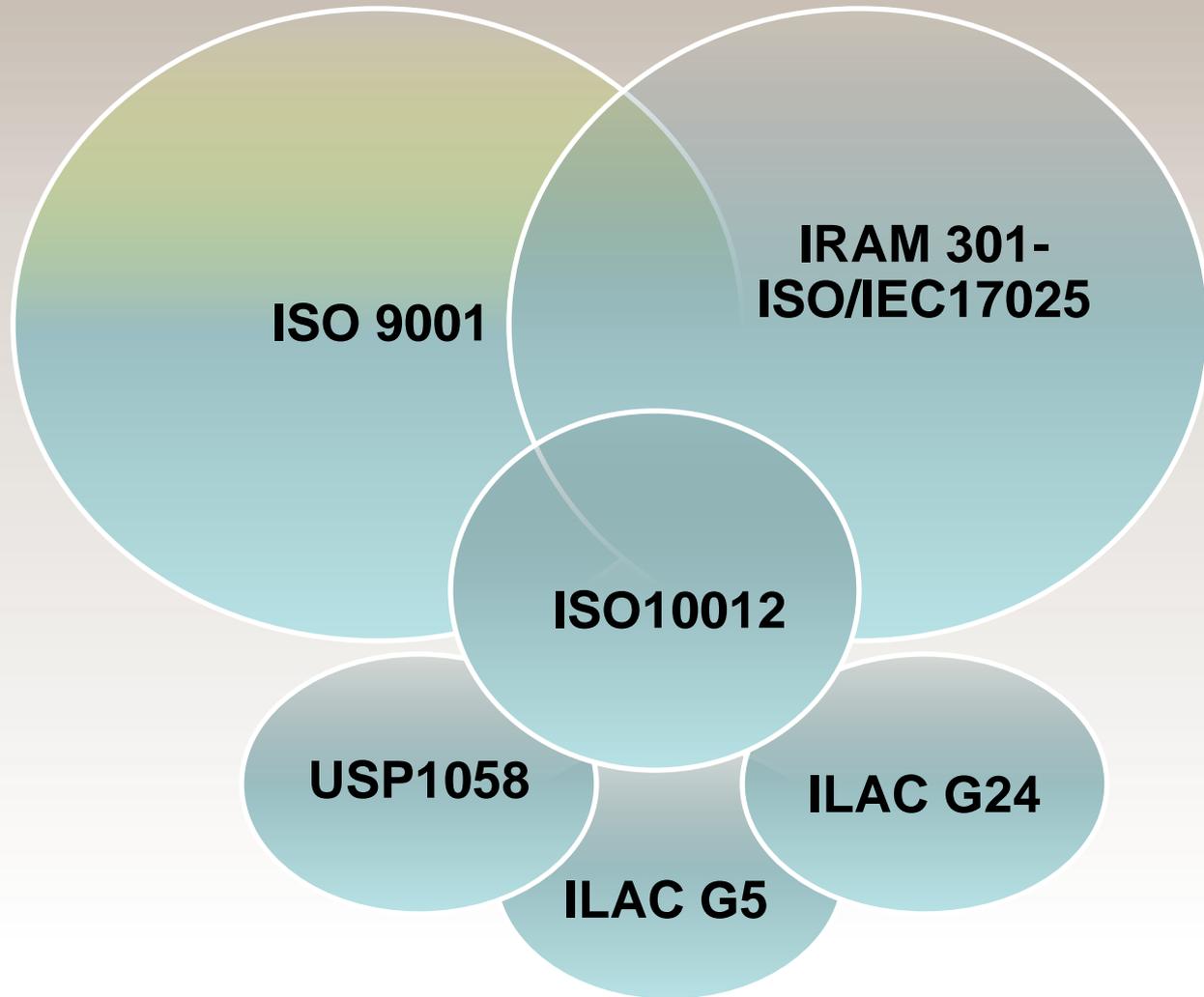
- Instrumento de medida (VIM): dispositivo utilizado para realizar mediciones, sólo o asociado a uno o varios dispositivos suplementarios (Termómetro, cronómetro, phchímetro)
- 
- Sistema de medida (VIM) Conjunto de uno o más IM u otros dispositivos incluyendo reactivos e insumos varios, ensamblados y adaptados para proporcionar valores dentro de intervalos especificados para magnitudes de naturaleza dada.

# Requisitos normativos

En el sistema de calidad de un laboratorio se debe asegurar el correcto funcionamiento de los equipos de medición ya que constituyen la principal herramienta del trabajo.

- **ISO 9001:2015** Sistemas de Gestión de Calidad. Requisitos
- **IRAM301-ISO/IEC 17025 :2005** Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración
- **ISO 10012:2003** Sistema de gestión de las mediciones. Requisitos para los procesos de medición y los equipos de medición
- **USP 37<1058>:2005** Calificación de instrumentos analíticos
- **ILAC G24/OIML D10:2007** Lineamientos para la determinación de intervalos de calibración de los instrumentos de medición
- **ILAC G5 :1994** Guía para calibración y mantenimiento de equipos de medida

# Relación Normativa



# IRAM 301- ISOIEC 17025

- **5.5 Equipos**

5.5.2 "deben establecerse programas de calibración para las magnitudes o valores clave de los instrumentos .....antes de ponerse en funcionamiento, **los equipos, se deben calibrar y verificar** para demostrar que cumplen los requisitos especificados .....deben someterse a un control y/o calibración ..."

5.5.4 "cada elemento del equipo y su soporte lógico utilizados para realizar ensayos que influyan en los resultados deben llevar, en la medida de lo posible, **una identificación única**"

5.5.6 "el laboratorio debe disponer de **procedimientos para la manipulación segura**, el transporte, el almacenamiento, el uso y mantenimiento de los equipos de medida con el fin de asegurar su correcto funcionamiento ..."

- **5.6 Trazabilidad de las mediciones**

5.6.1 Todos los equipos utilizados para los ensayos o las calibraciones, incluidos los equipos para mediciones auxiliares que tengan efecto significativo en la exactitud o en la validez de los resultados del **ensayo...El laboratorio debe establecer un programa y un procedimiento para la calibración de sus equipos**

# Uso de la ISO 10012 en el modelo de integración de ISO/IEC 17025 en un sistema ISO 9001

Báez y Orozco: 2008. Simposio de metrología. Méjico

- La ISO/IEC 17025 no menciona explícitamente a la ISO10012 y omite el concepto “sistema de gestión de las mediciones”, de esta forma la trazabilidad **documental** es inexistente
- Por otra parte la ISO 10012 en el alcance dice “esta norma no tiene la intención de ser un sustituto o una adición a los requerimientos de la ISO/IEC 17025”
- Sin embargo concluyen que existe compatibilidad para aplicar 10012 en el contexto 17025.

# ISO 10012/2003. Sistema de administración de las mediciones – Requerimientos para Procesos y Equipos de medición

- **Sistema de gestión de las mediciones** Conjunto de elementos interrelacionados o interactuantes necesarios para lograr confirmaciones metrológicas y control continuo de procesos de medición.
- **Confirmación metrológica:** Conjunto de operaciones requeridas para asegurar que un equipo de medición cumpla con los requerimientos para su uso esperado
- **Equipo de medición** Instrumento de medición, software, patrón de medición, MR o aparato auxiliar o una combinación de estos necesarios para realizar un proceso de medición
- **Proceso de medición:** Conjunto de operaciones para determinar el valor de una cantidad.



Un sistema eficaz de gestión de las mediciones debe garantizar que:

- El equipo y el proceso de medición son adecuados para su uso previsto
- Se alcanzan los objetivos de calidad del producto
- Se gestiona el riesgo de obtener resultados de medición incorrectos

Por lo tanto para obtener mediciones analíticas adecuadas al propósito,

- las muestras deben ser colectadas y manipuladas correctamente
- el método analítico debe ser validado y controlado con estándares
- el personal debe ser competente
- los equipos deben estar calificados, mantenidos y calibrados
- todo el sistema debe estar controlado.

De acuerdo a la USP 37<1058> Analytical instrument qualification (AIQ)

- Los procesos y métodos son **Validados**
- Los equipos son **Calificados**

# Razones para calificar equipos y establecer un plan de verificación y mantenimiento

- Seleccionar el equipo correcto y verificar su correcta instalación y operatividad (DQ-IQ-OQ)
- Mantener el equipo bajo condiciones aceptables de funcionamiento (PQ) (verificación – calibración)
- Reducir costos de reparación (mantenimiento preventivo)
- Requerido por las autoridades regulatorias
- Minimizar la ocurrencia de resultados incorrectos
- Detectar anticipadamente problemas de mal funcionamiento (verificación)
- Aumentar la productividad de los equipos

# Consideraciones principales de la calificación

- La calificación debe hacerse de acuerdo con **protocolos de calificación predeterminados y aprobados.**
- Los resultados de la calificación deben ser **registrados y reflejados en los informes y registros de calificación**
- La calificación **cubre el ciclo completo de vida** del equipo
- El alcance de la calificación debe estar **basado en la criticidad de un sistema o equipo.** (clasificación de los equipos)

# La categorización o clasificación de los equipos se utiliza para determinar la documentación y la tipología y profundidad de la **calificación**

Según la USP 37 <1058>

- **Grupo A:** equipos de bajo riesgo que requieren una observación para verificar que funcionan correctamente- *certificado de funcionalidad* (agitadores, baños sónicos, centrífugas, bombas de vacío, etc)
- **Grupo B:** equipos que miden un parámetro crítico y que requieren una calibración periódica- *Certificado de Calibración*- (balanzas, pHchímetros, termómetros, etc.)
- **Grupo C:** equipos de alto riesgo y alta complejidad que normalmente están controlados por un software y requieren calificación periódica y trazabilidad a MR o estándares (espectrofotómetros, GC, HPLC, etc.)

# Calificación de Equipos: las 4Q

**Calificación del  
Diseño (DQ)**



**Calificación de la  
Instalación (IQ)**



**Calificación  
Operacional (OQ)**



**Calificación del  
Desempeño (PQ)**

Define las especificaciones funcionales (características) y operacionales (especificaciones) del instrumento, y detalla las decisiones concientes en la elección del proveedor

Verifica que el instrumento es recibido de acuerdo a como fue diseñado y especificado, que está adecuadamente instalado en el ambiente seleccionado, y que éste es apropiado para la operación del instrumento

Es el proceso en que se demuestra que un instrumento funcionará de acuerdo a la especificación operacional en el ambiente seleccionado.

Es el proceso en que se demuestra que un instrumento se desempeña sistemáticamente en forma adecuada para su uso rutinario.

# Calificación de Equipos: las 4Q

## ¿Quién hace qué?

### Calificación de diseño (DQ)

- USUARIO describe uso previsto, ambiente y requerimientos; selecciona la técnica analítica y define las especificaciones funcionales y operacionales.
- PROVEEDOR asesora al usuario en la búsqueda de equipos que se ajusten al propósito y especificaciones preestablecidos.

### Calificación de Instalación (IQ)

- USUARIO controla la entrega de equipo y documentación. Controla la instalación e IQ.
- PROVEEDOR provee recomendaciones e instala. , puede hacer la IQ.

# Calificación de Equipos: las 4Q

## ¿Quién hace qué?

### Calificación Operativa (OQ)

- USUARIO define procedimientos de ensayos y criterios de aceptación, realiza los ensayos, documenta resultados.
- PROVEEDOR puede proporcionar procedimientos, equipos de ensayo y patrones, y asiste al USUARIO en la OQ.

### Calificación de Desempeño (PQ)

- USUARIO define procedimientos de ensayo relativos a la aplicación y los criterios de aceptación. Define frecuencia de ensayos y acciones correctivas en caso de falla.
- PROVEEDOR asiste en el programa de mantenimiento preventivo y brinda apoyo metrológico. NO PUEDE REALIZAR PQ

## Adquisición de equipos (DQ)

En lo posible se debe seleccionar y evaluar a los potenciales proveedores. Si cumplen con alguna norma de calidad, mejor.

- Especificación de las características necesarias, de acuerdo al propósito de uso, con los requisitos de diseño, seguridad, tolerancias e incertidumbres.
- Requisitos de instalación (detalles del suministro de servicios) y provisión de accesorios y consumibles necesarios.
- Es conveniente incluir la instalación y prueba inicial del equipo y la capacitación del personal, con cargo al proveedor.
- Requisitos solicitados al proveedor (soporte técnico, certificado de calibración o verificación, garantía, período de entrega, manual del equipo –*pertinente y en castellano*).
- Criterios para análisis de las ofertas frente a las especificaciones y selección de los equipos. Relación costo/beneficio

## Recepción de equipos (IQ)

- El laboratorio debe tener establecido un procedimiento que asegure que el equipo recibido
- Se corresponde con las características y especificaciones del pedido o solicitud de adquisición mediante un registro de verificación (checklist)
- Se entrega la documentación adecuada y completa (por ejemplo los certificados de calibración o conformidad, garantía, recomendaciones/procedimiento de mantenimiento, etc).
- No haya sufrido ningún daño
- No sea utilizado antes de que sea instalado, preferentemente, por el proveedor.

## Puesta en marcha inicial (OQ)

- Si corresponde debe hacerse una calibración previa con trazabilidad (MR)
- Si el equipo consta de varios módulos conviene hacer una calificación de todo el sistema
- Se realiza una verificación de los parámetros críticos para asegurarse que cumple con las especificaciones solicitadas (DQ) y también garantizadas por el proveedor.
- Es conveniente aplicar el o los ensayos para lo cual fue adquirido, incluyendo los límites operativos superior e inferior (condición del “peor caso”)
- Se deben registrar los resultados de la verificación y todo detalle relevante antes de definir : Se acepta – No se acepta

# Uso del equipo (PQ)

- Se verifica mediante la aplicación rutinaria de los ensayos para lo cual fue adquirido, usando muestras normales y estándares.
- Se deben establecer procedimientos y registros de operación, verificación y calibración.
- Se debe definir un plan de mantenimiento, principalmente preventivo

# Registro, controles y mantenimiento

## Inventario y codificación de equipos

- *Inventario o Listado Maestro de Equipos* ; de aquellos que tengan una **relación directa con los resultados** (críticos) y también los auxiliares que requieren de algún tipo de control.
- En el inventario debería constar la fecha de su elaboración y, como mínimo, el **código del equipo, la denominación del equipo y la fecha de alta.**
- El **código del laboratorio** debe ser **unívoco** y debe relacionarlo con la documentación que se va generando (etiquetas, ficha, registros, procedimientos) y su historial (averías, sustituciones, modificaciones, etc.).
- El laboratorio debe mantener actualizado el inventario de los equipos disponibles, con un **procedimiento del control y comunicación de las altas, bajas o traslados.**

# Etiqueta de identificación

Los equipos de medición dispondrán de una *etiqueta de identificación* o sistema de identificación, que incluya, como mínimo:

- Código
- Equipo (denominación)
- Número de serie
- Fecha de alta

Esta etiqueta identificativa debe ser de un material lo más resistente posible para evitar que se deteriore con el transcurso del tiempo y debe colocarse en un lugar del equipo bien visible.

# Ficha/registro/legajo de equipos

El laboratorio debe elaborar, y tener actualizados los legajos de los equipos que figuran en el inventario .En estos legajos deberían constar al menos los datos siguientes:

- *Código del equipo (el que figura en el inventario y etiqueta identificativa).*
- *Registros e informes de Calificación*
- *Datos del fabricante/proveedor/representante y servicio técnico*
- *Manuales o instrucciones del fabricante*
- *Procedimientos Operativos (PO) de puesta en marcha, funcionamiento, etc.*
- *Plan de Mantenimiento, Calibración y Verificación:*
- *Informes y certificados de calibración o verificación.*
- *Historial del equipo: registro de incidencias importantes (daños, averías, modificaciones o reparaciones, sustituciones, etc.).*

# Procedimientos Operativos (PO) y registros

La incorporación de algún dibujo, esquema o fotografía del equipo, facilita la localización de los componentes y botones de control.

- **PO de puesta en marcha y apagado.** Debe tener instrucciones claras y concisas. También advertencias de seguridad y emergencia
- **PO de funcionamiento.** No debe ser una reproducción íntegra del manual del equipo !!, aunque sí puede ser conveniente citar páginas del mismo para resolver situaciones específicas.
- **PO de verificación y calibración** Es recomendable incluir una breve descripción del equipo y sólo describir operaciones simples que deben ser realizadas por personal del laboratorio.
- **Manual del equipo.** Es conveniente tener una copia cerca del equipo para consulta. El original se guarda en el legajo
- **Diarios de uso (log book)** para anotar el uso a lo largo del tiempo (fecha, usuario, objeto de la utilización, fallas, etc). Posibilita la reconstrucción de los análisis.

## El laboratorio debe tener implementado un "Plan de mantenimiento y calibración o verificación" de sus equipos como parte fundamental del sistema de calidad

- Debe cubrir todos los equipos involucrados en el procedimiento de medición y que pueden sufrir un deterioro en sus funciones específicas
- Las operaciones a realizar pueden ser de **verificación, ajuste, calibración y/o mantenimiento** y debe definirse su periodicidad
- Debe incluir tanto el mantenimiento **interno** del propio laboratorio, como el **externo** y fijar responsabilidades
- Estas operaciones **deben registrarse** para demostrar que el equipo funciona correctamente y que cumple con las especificaciones, del fabricante, o de una norma o reglamento.
- Las actividades u operaciones a realizar deben ir **encaminadas a prevenir, o en su caso corregir, fallos, deterioros, averías o un mal funcionamiento** de los equipos

## Estos equipos, de acuerdo al tipo de **mantenimiento o calibración** que requieran, pueden clasificarse en:

- ***Instrumentos de medida directa:*** escala de resultados en las unidades de la magnitud que se desea medir. Por lo tanto requieren de una calibración con registro de trazabilidad a patrones adecuados.  
(material volumétrico , termómetros, balanzas, etc. )
- ***Instrumentos de medida indirecta:*** respuesta o señal relacionada con la magnitud que se está midiendo, a través de una función con el fenómeno en que se basa el método de medida. Requieren verificación del buen funcionamiento y ensayos de control de desempeño (QC, etc).  
(Espectrofotómetros, cromatógrafos, etc.)
- ***Aparatos:*** participan en el ensayo manteniendo las condiciones experimentales controladas y que su mal funcionamiento pueden afectar las mediciones. En este caso pueden requerir desde una simple verificación hasta una calibración específica.  
(Estufas, agitadores, centrífugas, placas o bloques calefactores)

# Operaciones a realizar con los equipos: Ajuste, verificación, calibración y mantenimiento.

## ¿Qué es ajuste?

- Conjunto de operaciones realizadas sobre un sistema de medida para que proporcione indicaciones prescritas, correspondientes a valores dados de la magnitud a medir.
- En otras palabras, **ajuste** implica mover tornillos, ajustar potenciómetros o configurar el equipo mediante un software de ajuste para que el instrumento mida lo más cercano al valor de medición del patrón de referencia.

# ¿Qué es Verificación?

- Es la confirmación, por examen y recogida de evidencias, de que los requisitos especificados para tal equipo se han alcanzado (ISO17025)
- En otras palabras, es un medio para comprobar si las desviaciones individuales obtenidas por un instrumento son menores que el máximo error aceptable (definido en una norma, reglamento o especificación particular)

# ¿Qué es Calibración?

- Conjunto de operaciones que establecen, en condiciones especificadas, la relación existente entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento de medida o un sistema de medida, o los valores representados por una medida materializada o por un material de referencia, y los valores correspondientes de esa magnitud realizados por los patrones. [VIM, 611:2000]
- En otras palabras, es el proceso de comparar los valores obtenidos por un **instrumento de medición** con la medida correspondiente de un patrón de referencia, que permite determinar la desviación de medición y otras propiedades metrológicas como deriva, histéresis, linealidad, reproducibilidad, etc.

## ¿Por qué es necesario verificar?

- El normal desempeño de los equipos puede estar influenciado por cambios en las condiciones ambientales del laboratorio, la tensión eléctrica de alimentación, reubicación física de los mismos, ajustes)
- El resultado de las verificaciones proporciona la base para tomar una decisión, ya sea la de volver a poner el equipo en servicio, realizar ajustes, repararlo, ponerlo fuera de servicio o declararlo obsoleto. (etiqueta **verde** – **amarilla** - **roja**)
- Ayuda a establecer los intervalos para las calibraciones y mantenimientos preventivos.

**Nota:** La verificación es realizada normalmente por el propio usuario sobre la base de un procedimiento técnico especificado para cada equipo y registrado en el procedimiento o carta de control.

# ¿Por qué es importante calibrar?

- El envejecimiento de los componentes, los cambios de temperatura y el estrés mecánico que soportan los equipos deterioran poco a poco sus funciones.
- El resultado de una calibración permite la estimación de los errores de indicación del instrumento de medida, sistema de medida, o la asignación de valores a las marcas de escalas arbitrarias. El resultado arroja el "certificado de calibración" o "informe de calibración".

Nota: en ocasiones, el resultado de una calibración se expresa como una corrección o como un "factor de calibración" o como "curva de calibración".

# ¿Cuál es la importancia del mantenimiento preventivo?

Al inspeccionar los equipos se detectan las fallas en su fase inicial, corrigiéndolas en el momento oportuno, con las ventajas de:

- Asegurar la confiabilidad del funcionamiento de los equipos, dado que operan en mejores condiciones.
- Aumentar la duración de los equipos e instalaciones
- Reducir los eventos de rotura imprevista
- Planificar la compra de repuestos.

**Nota 1:** si el mismo proveedor del equipo presta el servicio de mantenimiento, calibración y ajuste, se reduce los problemas de incompatibilidad de procedimientos y se evita perder la garantía.

**Nota 2:** La firma de un contrato anual de mantenimiento preventivo asegura que las calibraciones no se desfasen del cronograma establecido por el usuario por falta de presupuesto.

# ¿Cómo establecer cronogramas de verificación, calibración y mantenimiento?

## Primero debemos :

- Asignar responsabilidades y tener capacitado el personal
- Mantener registros, especialmente el libro diario (*"log-book"*)
- Identificar el equipo (o partes del equipo) con mayor probabilidad de fallas en ausencia de un programa de mantenimiento preventivo.
- Definir inventario de repuestos (ordinarios y extraordinarios).
- Desarrollar Procedimientos para el Mantenimiento (consultar al proveedor).
- Desarrollar Instructivos y límites de aceptación para evaluar el desempeño.
- Desarrollar acciones en caso que los criterios de aceptación no se estén cumpliendo o en caso de fallas en los equipos.

## Intervalos de verificación

- Balanza?
- pHchímetro ?
- Espectrofotómetro UV-Visible ?
- Estufas?
- Muflas?
- Kjeldahl?



## Intervalos de calibración

- Ajuste automático o “escalera”
- Carta de Control
- Tiempo “en uso”
- Control en servicio o ensayo “caja negra”

# Escalera

**Procedimiento:** Primero se calibra el instrumento en un lapso de tiempo prefijado (1 año?). El intervalo se amplía si el instrumento está dentro de las tolerancias o se reduce si fue hallado fuera de tolerancia.

**Ventajas:** Esta respuesta “escalera” puede producir un ajuste rápido de los intervalos y llevarlo a cabo sin mucho esfuerzo.

**Desventajas :** trata los equipos individualmente y es difícil mantener uniforme y balanceada la carga de trabajo de calibración , por lo que requiere de una planificación previa muy ajustada

# Carta control

**Procedimiento:** Se eligen puntos de calibración significativos y se grafican, junto con el error aceptable, en función del tiempo.

## **Ventajas :**

- Se visualiza fácilmente errores aleatorios y tendencias, diagnosticándose inmediatamente problemas de medición.
- Permite definir el momento de ajuste y calibración, sin que se invaliden los resultados anteriores.
- Seguimiento continuo del proceso de medición.
- Aporta datos de control estadístico.
- Documenta la incertidumbre de medición

**Desventajas :** ídem escalera

# Tiempo en uso

**Procedimiento:** El instrumento está provisto de un indicador de tiempo total de operación y se debe calibrar cuando se llega al tiempo previsto. El intervalo de calibración se expresa en horas de uso, en lugar de los meses del calendario.

## **Ventajas:**

- Equipos con software vienen provistos de registro de tiempo de uso
- Se ajusta mejor al deterioro del equipo, producto de su uso

## **Desventajas:**

- el método no puede ser usado con instrumentos pasivos.
- no puede aplicarse cuando el instrumento deriva, o se deteriora estando almacenado, o se lo somete a un número de ciclos cortos de “encendido y apagado”

# Caja negra

**Procedimiento:** Un set de parámetros críticos son controlados frecuentemente (calibración interna de balanzas) por un mecanismo de calibración portátil o por una caja “negra”. Si uno de ellos está fuera de rango se calibra todo

## **Ventajas :**

- Proporciona una disponibilidad máxima al usuario del instrumento
- Es muy práctico para los instrumentos separados geográficamente de los laboratorios de calibración
- Apropiado para instrumentos complejos.

## **Desventaja:**

El set seleccionado puede no cubrir la totalidad de los controles necesarios

Muchas Gracias !!!....

Daniel Carreira

[carreira.daniel@inta.gov.ar](mailto:carreira.daniel@inta.gov.ar)

