

MANUAL DE BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE GRANOS

Segunda edición





MANUAL DE BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE GRANOS

Segunda edición

Daniela Córdova, Carina di Candia,
Silvana Pérez, Verónica Skerl, Gabriela Suburú

Laboratorio Tecnológico del Uruguay

Montevideo
Uruguay
2025



Córdova, Daniela; di Candia, Carina; Pérez, Silvana; Skerl, Verónica; Suburú, Gabriela, 2025. *Manual de buenas prácticas de laboratorio de granos*. 2a ed. Montevideo: LATU.

ISBN digital: 978-9915-9531-7-5

CALIDAD / GESTIÓN DE PROCESOS / GRANOS / LABORATORIOS DE ANÁLISIS / MÉTODOS ANALÍTICOS

Dewey 664.07

Comité técnico revisor: *Asociación de Comerciantes de Granos:* Juan Battó, Matías Cúneo, Blanca Daglio, Dahiana Fraga, Silvina Gallo, Isabel Guigou, Inés Monnet y Victoria Ottasso

Cámara de Surveyors del Uruguay: Alfonso Nopitsch

Mesa Tecnológica de Oleaginosos del Uruguay: Inés Carrocio, Silvina Ferrari, Jéssica Ferreira, Marcela Saibene y Daniel Vázquez

Ministerio de Ganadería, Agricultura y Pesca: Florencia Aizcorbe, César Durán y Patricia Fagúndez

Comité de dirección: *Asociación de Comerciantes de Granos:* Victoria Carballo, Néstor Figueiras, Santiago Morelli, Nicolás Pera, Ignacio Pérez y Claudio Princisgh

Laboratorio Tecnológico del Uruguay: Mariela De Giuda, Carina di Candia y Gabriela Suburú

Mesa Tecnológica de Oleaginosos del Uruguay: Carolina Balestra, Francisco Terra y Roberto Verdera

Revisión de formato y elaboración de página de legales: Lorena Fiori

Corrección de estilo: Leticia Ogues Carusso

Diseño: Nicolás Capricho Marocci

Laboratorio Tecnológico del Uruguay

Montevideo, 2025

Algunos derechos reservados. Se permite descargar, compartir, remezclar, retocar, y crear a partir de esta obra siempre que se cite la fuente y la información no se utilice con fines comerciales.

[Esta obra se encuentra bajo una licencia de Creative Commons](#)

[Reconocimiento-NoComercial 4.0 Internacional.](#)

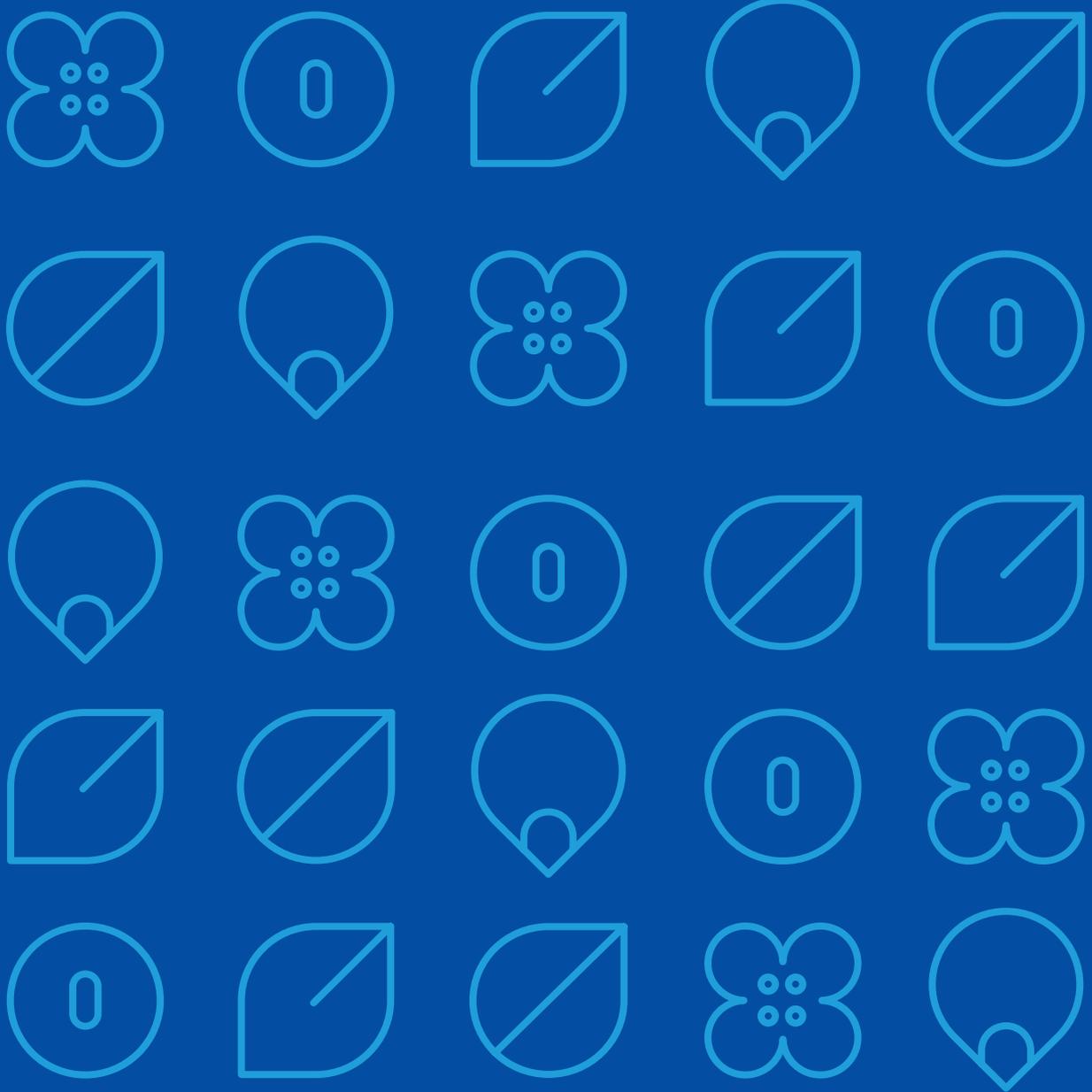


Tabla de contenido

PARTE 1: Generalidades	7
Introducción	8
Marco del proyecto	8
Objetivo	9
Alcance	9
PARTE 2: Requisitos y directrices	10
Capítulo 1: Requisitos generales	11
1.1 Imparcialidad	11
1.2 Confidencialidad	11
1.3 Estructura y responsabilidades de la organización	12
1.4 Seguridad y salud en el trabajo	12
Capítulo 2: Requisitos relativos al control documental	13
2.1 Documentación	14
2.1.1 Jerarquía de la documentación	15
2.2 Gestión documental	18
2.2.1 Elaboración	19
2.2.2 Control	19
Capítulo 3: Requisitos relativos al personal	21
3.1 Capacitación	22
3.2 Entrenamiento del personal	23
3.3 Habilitación del personal	25
3.4 Mantenimiento de la aptitud para realizar el ensayo	25
Capítulo 4: Requisitos relativos al equipamiento	27
4.1 Listado de equipos	28
4.2 Registro histórico de equipo	29
4.3 Confirmación metrológica	29
4.4 Adecuación al uso de los equipos	30
4.5 Verificación de equipos de medición rápida	31
4.6 Cronograma de calibración o verificación	33
4.7 Mantenimiento preventivo de equipos	34

4.8	Mantenimiento correctivo de equipos	35
4.9	Operación del equipo	36
4.10	Identificación de equipos	36
4.10.1	Identificación por etiquetas	36
4.10.2	Identificación sin etiqueta	38
4.11	Tratamiento de equipos no conformes	39
Capítulo 5: Gestión de muestras		40
5.1	Toma de muestras (muestreo)	41
5.2	Embalaje	41
5.2.1	Embalaje	41
5.2.2	Sellado	42
5.2.3	Identificación	42
5.2.4	Autenticación	42
5.3	Uso de la muestra final o lacrada	42
5.4	Preparación y acondicionamiento de la muestra de laboratorio	42
5.4.1	Homogenización	43
5.4.2	División o cuarteo	43
5.5	Almacenamiento	43
Capítulo 6: Métodos analíticos		44
6.1	Expresión de resultados	45
6.2	Estimación de la incertidumbre de medición	45
6.3	Informe de ensayo	45
Capítulo 7: Tratamiento de no conformidades y quejas		46
Capítulo 8: Aseguramiento y control de la calidad de los ensayos		49
8.1	Método de ensayo	50
8.2	Validación de los métodos de ensayo	50
8.2.1	Procedimientos previos	51
8.2.2	Diseño de la validación (plan de validación)	52
8.2.3	Realización de los ensayos	53
8.2.4	Evaluación del cumplimiento del método con las especificaciones analíticas y legales o los requisitos del proceso	53

8.2.5. Informe de validación	54
8.2.6 Aprobación: autorización para el uso del método de ensayo	54
8.2.7 Revisión y actualización de la validación del método de ensayo	54
8.2.8 Incertidumbre	55
8.3 Aseguramiento de la validez de los resultados	56
8.3.1 Control de calidad interno	57
8.3.2 Control de calidad externo	61
8.3.3 Evaluación de resultados y acciones a tomar	62
Glosario y Referencias bibliográficas	64
Anexos	71
Anexo 1: Ejemplo de organigrama	72
Anexo 2: Modelo de diagrama de flujo para el tratamiento de no conformidades y quejas	73
Anexo 3: Modelo de registro de capacitación	74
Anexo 4: Modelo de plan de entrenamiento	74
Anexo 5: Modelo de registro de entrenamiento y habilitación	75
Anexo 6: Modelo de registro de adecuación al uso de equipamiento	76
Anexo 7: Ejemplos de adecuación al uso	77
7.a Adecuación al uso de balanzas	77
7.b Ejemplo de adecuación al uso de estufas	81
7.c Ejemplo de adecuación al uso de cronómetro	83
7.d Ejemplo de adecuación al uso de termómetro	84
Anexo 8: Ejemplo de estudio causa raíz de NC mediante la herramienta de los 5 “¿por qué?”	85
Anexo 9: Ejemplo de estudio causa raíz de NC utilizando diagrama de Ishikawa	86
Anexo 10: Modelo de plan de validación	87
Anexo 11: Modelo de informe de validación	88



PRIMERA PARTE

Generalidades

Introducción

El *Manual de buenas prácticas de laboratorio de granos* fue elaborado en el marco del proyecto “Aseguramiento de la calidad de los laboratorios de la cadena de oleaginosos”, llevado adelante por el programa del Laboratorio Tecnológico del Uruguay (LATU) para la cadena de oleaginosos y revisado en el marco del proyecto “Agregando valor a la cadena de granos. Estandarización de los laboratorios de granos” (2023-2024).

En esta nueva edición se presentan actualizaciones que refuerzan los requisitos y recomendaciones operativas y prácticas para asegurar la calidad de los resultados analíticos generados por los laboratorios de la cadena de oleaginosos, que en su mayoría son extensibles a otros granos. Incluye un módulo para soja y uno para colza y, según las necesidades del sector, se pueden incorporar módulos para otros granos.

Participaron en su elaboración las empresas integrantes de la Asociación de Comerciantes de Granos (ACG), la Mesa Tecnológica de Oleaginosos del Uruguay (MTO), la Cámara de Surveyors del Uruguay (CSU), el Ministerio de Ganadería, Agricultura y Pesca (MGAP) y el LATU, lo que asegura la representatividad de todos los eslabones de la cadena de la soja.

La primera edición contó con la autoría de Daniela Córdova, Carina di Candia, Mónica Martínez, Silvana Pérez, Gabriela Suburú y Giancarla Tresso, y puede consultarse en el [Catálogo del LATU](#).

Marco del proyecto

Existen en el país empresas con laboratorios instalados que presentan diferentes grados de estandarización en sus rutinas, como ser el control de los métodos analíticos y de equipos (calibración, verificación, adecuación al uso y mantenimiento), el aseguramiento de las competencias del personal, el uso de herramientas estadísticas para el aseguramiento de la calidad, etc. Esto genera dificultades para la comparación entre resultados analíticos de los mismos lotes realizados por diferentes laboratorios, lo cual frecuentemente determina controversias acerca de cuál es el valor real

representativo del lote y sobre el precio final que obtienen el productor y los diferentes integrantes de la cadena.

La generación de este manual con requisitos y pautas de buenas prácticas de laboratorio, basado en normas internacionales y consensuado por los actores de la cadena de valor de cultivos de granos, permite la generación de confianza, reproducibilidad y robustez de los resultados, así como acordar y estandarizar los criterios analíticos en lo que refiere a la calidad física y fisicoquímica de los granos. Esta forma de trabajo, que se basa en la calidad de los resultados, facilita la operativa y la comercialización de granos, ya que los lotes de producción nacional obtienen valores analíticos que los representan en forma objetiva.

Este material, disponible para todos los laboratorios de la cadena agroindustrial del país, permitirá enviar al mercado internacional una señal clara del trabajo serio y uniforme del país, fomentando la confianza.

Objetivo

Su objetivo es establecer los requisitos y las buenas prácticas recomendadas para todos los laboratorios de la cadena agroindustrial de oleaginosos de forma de asegurar la calidad de los resultados analíticos fisicoquímicos que emiten.

En este manual podrán encontrar datos útiles para obtener resultados confiables, como las metodologías de análisis y verificación o calibración del equipamiento utilizado, la adecuación para propósitos específicos, la capacitación del personal para la tarea, la evaluación de la exactitud de los métodos de análisis e incertidumbre y el control del proceso en el tiempo mediante gráficos de control e interlaboratorios.

Alcance

Aplica a cualquier laboratorio que lleve a cabo determinaciones analíticas de calidad de granos, debe considerarse como una guía general y su implementación es de carácter voluntario.



SEGUNDA PARTE
REQUISITOS Y DIRECTRICES

Capítulo 1:
Requisitos generales

Capítulo 1: Requisitos generales

Es necesario que el laboratorio cumpla con los requisitos de imparcialidad y confidencialidad de acuerdo con lo establecido en el presente manual.

1.1 Imparcialidad

- Se entiende por imparcialidad la presencia de objetividad en todas las actividades del laboratorio. Se define la objetividad como la ausencia de conflictos de intereses, prejuicios y sesgos; de existir estos, se resuelven sin afectar de forma adversa las actividades (International Organization for Standardization, 2017).
- El laboratorio no debe permitir presiones comerciales, financieras u otras que comprometan su imparcialidad.

1.2 Confidencialidad

Se considera confidencial cualquier información obtenida o creada durante la realización de las actividades del laboratorio y es el laboratorio el responsable de su gestión y protección para evitar su divulgación sin consentimiento. No se considera confidencial la información que el cliente pone en conocimiento público o cuando la organización y el cliente lo acuerdan previamente.

Las medidas para dar garantías de imparcialidad y confidencialidad pueden incluir, entre otras:

- Acuerdos de confidencialidad con cualquier persona u organización a la que se le otorgue acceso a la información.
- Manuales de ética y políticas del laboratorio.
- Utilización de códigos especiales para la identificación de los clientes. Es decir, en lugar de utilizar el nombre real del cliente se le asigna un código, limitando la cantidad de personas con acceso a esta información. Para el caso de base de datos informáticas, se pueden emplear claves para ingresar. Muchos sistemas computarizados permiten, además, conocer quiénes accedieron a la base y qué información obtuvieron. Los registros en soporte papel, en cambio, se pueden disponer en un lugar cerrado y protegido, por ejemplo, con llave.
- Matrices de identificación de riesgos para la imparcialidad.

1.3 Estructura y responsabilidades de la organización

El laboratorio debe tener definida su estructura, organización y su ubicación dentro de la organización matriz (si corresponde), así como también especificar responsabilidad, autoridad e interrelación del personal que dirige, realiza o verifica el trabajo que afecta los resultados analíticos.

Una correcta definición de la estructura organizacional mejora la operación y la productividad a través del orden, el control y la coordinación.

El organigrama es la herramienta más utilizada para representar la estructura jerárquica de la organización, los cargos, las funciones y las líneas oficiales de comunicación. Es importante promover la comunicación, la coordinación y la integración efectiva entre los sectores de la organización.

En el Anexo 1 se muestra un ejemplo de organigrama.

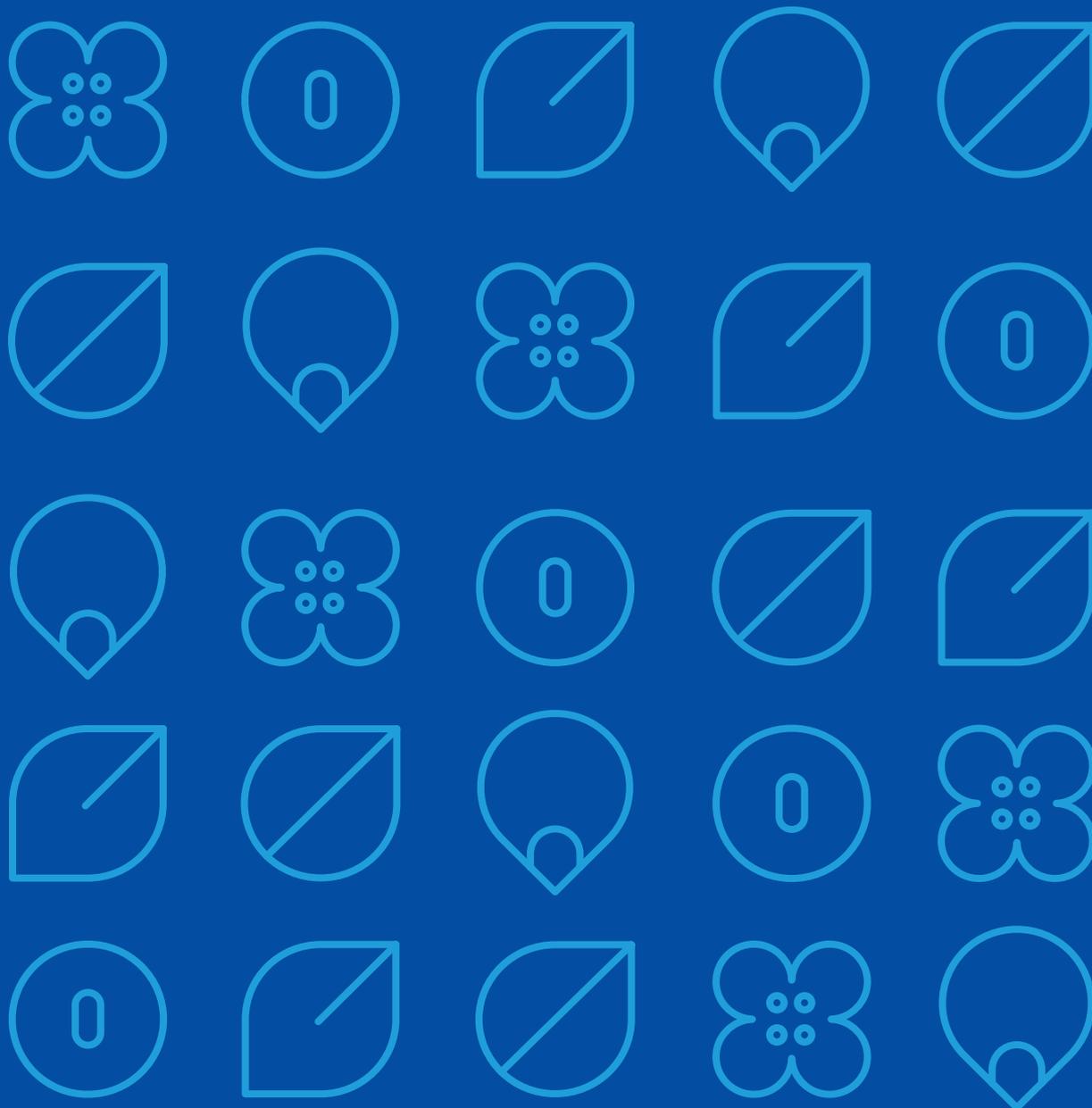
1.4 Seguridad y salud en el trabajo

El laboratorio tiene la responsabilidad de velar por la seguridad y la salud de todo el personal durante la realización de sus actividades. Esto implica implementar medidas de seguridad en el entorno laboral, así como fomentar prácticas seguras en el manejo de equipos y materiales, alineadas con los requisitos legales aplicables.

Las actividades del laboratorio deben ser realizadas en condiciones que minimicen los riesgos de accidentes y protejan la salud de los trabajadores.

Esto puede incluir, entre otros:

- El uso de equipos de protección personal (EPP): selección, uso y mantenimiento adecuado del EPP específico para cada tarea que lo requiera, asegurando que los empleados comprendan su importancia y lo utilicen correctamente.
- La implementación de protocolos de emergencia: preparación del personal en procedimientos de evacuación y respuesta ante accidentes o situaciones de riesgo.
- La capacitación del personal: formación continua en temas relevantes para asegurar el cumplimiento de las buenas prácticas y la seguridad en el laboratorio.



SEGUNDA PARTE
REQUISITOS Y DIRECTRICES

Capítulo 2:
Requisitos relativos al
control documental

Capítulo 2: Requisitos relativos al control documental

2.1 Documentación

La información documental se debe controlar y mantener, así como también el soporte que la contiene.

Su correcta gestión presenta numerosas ventajas:

- Comunicación y conservación de información y experiencias.
- Estandarización de procesos, asegurando la repetibilidad en la ejecución.
- Proporciona evidencia objetiva y facilita la trazabilidad de procesos y actividades.

Teniendo en cuenta su origen, se distinguen dos categorías de información documentada:

- **Interna:** Incluye todos los documentos que son elaborados por la organización para apoyar sus operaciones y procesos. Abarca, entre otros, políticas, manuales, procedimientos, instructivos, formularios.
- **Externa:** Comprende la documentación que no ha sido elaborada por la organización, pero que es necesaria para llevar a cabo sus procesos y actividades de la forma en que fueron planificados. Puede incluir normas, decretos y regulaciones externas.

La documentación debe agregar valor a la organización, por lo que hay que conocer y definir la cantidad necesaria para alcanzar los objetivos sin entorpecer las actividades. Para ello, se deben considerar factores como:

- Tipo, tamaño y madurez de la organización.
- Complejidad de los procesos que realiza.
- Competencia del personal.
- Necesidad de demostrar cumplimiento de requisitos.

Todo documento debe:

- Ser comprensible, es decir, de redacción ordenada, clara y concreta.
- Ser identificable (nombre, código, versión, responsables, etc.).
- Ser verificado antes de su liberación.
- Permanecer actualizado.
- Estar disponible.

2.1.1 Jerarquía de la documentación

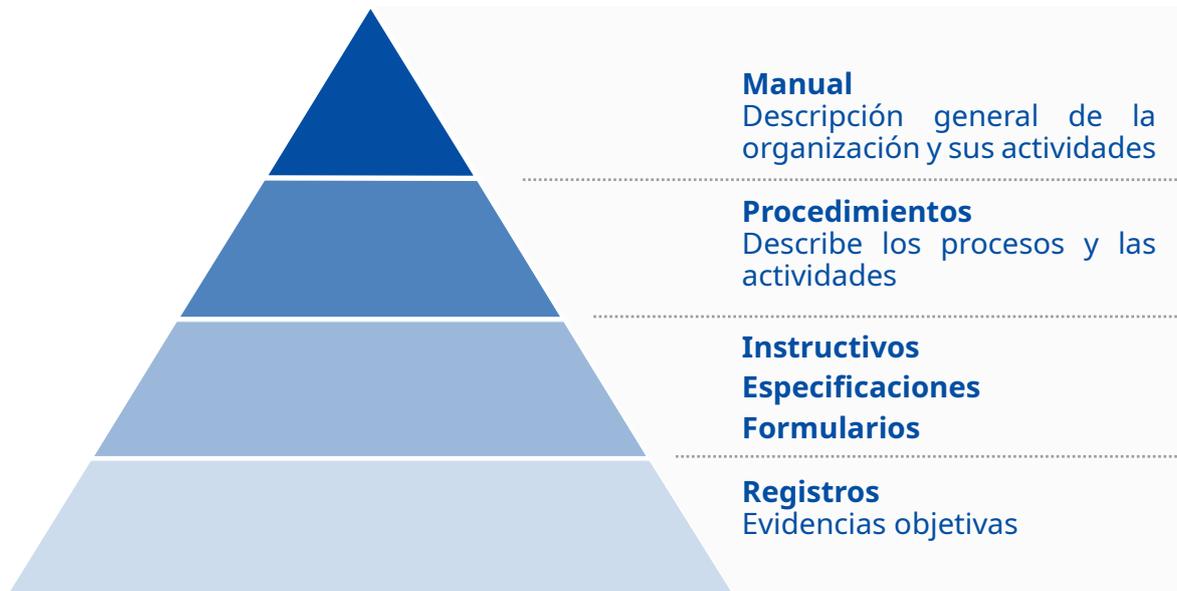


Figura 1. Pirámide documental

Manual

Proporciona información general, tanto para el exterior como para el interior de la organización. En él se suelen referenciar otros documentos más detallados y específicos.

Procedimientos

Documentos que describen la forma de llevar a cabo los procesos y actividades. Contribuyen a:

- Uniformizar el trabajo.
- Disminuir la variabilidad en la ejecución y predecir el comportamiento de los procesos.
- Dilucidar responsabilidades.
- La capacitación y entrenamiento del personal.

Es recomendable que contengan o hagan referencia a:

- Objetivo: Para qué se utiliza.
- Alcance: Qué ámbito abarca, incluyendo casos particulares y excepciones.
- Referencias: Documentos en los que se basó la redacción o aquellos que es necesario aplicar en forma conjunta con el procedimiento en cuestión.
- Responsables: Quién lo ejecuta y quién lo supervisa.
- Equipamiento: Materiales y equipos que deben emplearse.
- Descripción de las actividades: Cuándo, dónde, cómo y qué debe hacerse y cómo debe controlarse.
- Registros: Cómo, dónde y quién registra los resultados obtenidos. Incluye, si corresponde, formatos pertinentes.

De ser necesario agregar apartado de:

- Definiciones.
- Abreviaturas y símbolos.

Instructivos

Descripciones detalladas y específicas de cómo realizar las tareas. Dada su finalidad, deben estar disponibles en el lugar donde se ejecute la tarea (por ejemplo, instructivo de uso de un equipo). Pueden ser o incluir:

- Diagramas de flujo (ver modelo en Anexo 2).
- Fotos.
- Videos.
- Dibujos.
- Una combinación de los anteriores.

Especificaciones

Documentos que establecen los requisitos que deben cumplir los productos, servicios y procesos (por ejemplo, contratos de comercialización, normativas legales). Son imprescindibles para:

- Compras (se deben comunicar al proveedor).
- Recepción de materiales (se deben comunicar al encargado de controlar las adquisiciones).
- Liberación de lotes de productos (productos conformes).

- Comercialización de productos o servicios (herramienta importantísima para la comunicación con los clientes).

Deberían contener:

- Valores nominales y tolerancias para cada requisito.
- Pautas para establecer la conformidad con los requisitos.
- Sistemáticas de inspección o verificación.

Formularios

Documentos de apoyo diseñados para que el usuario introduzca datos en las zonas destinadas a ese propósito, para ser almacenados y procesados posteriormente. Una vez completados los campos pasa a ser un registro.

Ver modelo en Anexo 3, 4 y 5.

Registros

Documentos que presentan resultados obtenidos y proporcionan evidencia objetiva de las actividades desarrolladas.

A diferencia del resto de los documentos, estos no son susceptibles de revisión y no están sujetos a cambios.

Los registros deben archivarse por un período establecido, garantizando su acceso y minimizando el riesgo de deterioro o pérdida de forma de asegurar su conservación. Cualquiera sea su soporte (papel, electrónico, etc.) deben permanecer legibles, identificables y recuperables.

Criterios de clasificación de registros:

Según formato:

- Sin formato establecido: El documento que origina la necesidad del registro establece la información que debe contener.
- Con formato establecido: El formato/formulario se elabora, revisa, aprueba y difunde según lo defina la organización.

Según soporte:

- Físicos: Registros tangibles, se mantienen en soportes físicos como papel. Ocupan espacio físico y pueden requerir un sistema de archivo físico para su organización y almacenamiento.

- Electrónicos: Registro generados en formato digital. Estos registros suelen estar disponibles en sistemas informáticos, bases de datos, dispositivos electrónicos u otros medios digitales.

Se recomienda

Para registros físicos:

- Utilizar lapicera de tinta para los registros manuscritos.
- Siempre que sea posible, registrar la fecha en que se realiza el registro e identificar claramente al responsable de la entrada.
- No utilizar corrector para borrar los cambios o errores. Trazar una línea sobre la información a corregir, garantizando que esta permanezca legible, para luego escribir la nueva información al margen de la original.

Agregar la identificación del responsable y, de ser posible, una justificación de la corrección realizada.

Para registros electrónicos:

- Implementar un plan de copias de seguridad regular; considerar el uso de servicios de almacenamiento en la nube confiables para respaldarlos.
- Asegurar que sean inmutables y estén protegidos contra modificaciones no autorizadas mediante, por ejemplo, la implementación de *firewalls*, antivirus, control de acceso basado en roles, permisos y políticas de contraseñas seguras. Mantener actualizados los sistemas y *software* empleados para mitigar vulnerabilidades de seguridad.
- Implementar controles de validación de los datos registrados. Esto ayuda a garantizar la fiabilidad de la información.
- En el caso de enmendar un dato, cuando corresponda, colocar un comentario sobre la información modificada que incluya fecha y responsable de la modificación y, de ser posible, una justificación de la corrección realizada.

2.2 Gestión documental

La gestión de la información documentada incluye requisitos para la elaboración de documentación interna y el control de la documentación interna y externa.

2.2.1 Elaboración

Redacción

A la hora de redactar los documentos se deberán tener en cuenta los siguientes aspectos:

- Respetar el formato establecido según el tipo de documento e incluir:
 - Nombre.
 - Código (si corresponde).
 - Versión.
 - Fecha de vigencia.
 - Paginado.
 - Responsables.
- Redacción clara, simple y concreta.
- Visualmente atractivo y de fácil lectura. Se pueden incluir, por ejemplo, imágenes, diagramas, fotos, etc.

Se recomienda que quien o quienes redacten los documentos sean los que llevan a cabo la tarea a describir, dado que cuentan con la experiencia necesaria.

Revisión y aprobación

Una vez elaborados, los documentos deben ser revisados, idealmente por personas que ejecuten la actividad pero que no hayan estado involucradas en el proceso de redacción, para, posteriormente, ser aprobados por quien corresponda antes de su distribución.

La revisión y aprobación permite asegurar que los documentos emitidos han sido evaluados en cuanto a su idoneidad y adecuación por personal competente en la materia.

Se debe dejar evidencia tanto de la revisión como de la aprobación, por ejemplo, firmas, ubicaciones especiales, etc.

2.2.2 Control

El control de la información documentada interna y externa asegura que esté disponible donde y cuando se la necesite, que sea idónea para su uso y que esté protegida, por ejemplo, contra la pérdida de la integridad o frente a un uso inadecuado.

Emisión y distribución

Como se explicó anteriormente, es necesario asegurar que los documentos estén disponibles para quien los necesite, cuando y donde los necesite.

La distribución de documentos puede alcanzar partes externas a la organización, como ser clientes, proveedores, organismos certificadores, etc.

Actualización

La actualización de la documentación es fundamental e igual de importante que la elaboración, la aprobación y la emisión, ya que si los documentos que sustentan a la organización no reflejan la realidad actual se vuelven ineficientes.

La necesidad de actualización puede surgir, entre otros, por:

- Revisiones periódicas.
- Cambios planificados de los procesos.
- Acciones correctivas y de mejora.
- Auditorías.

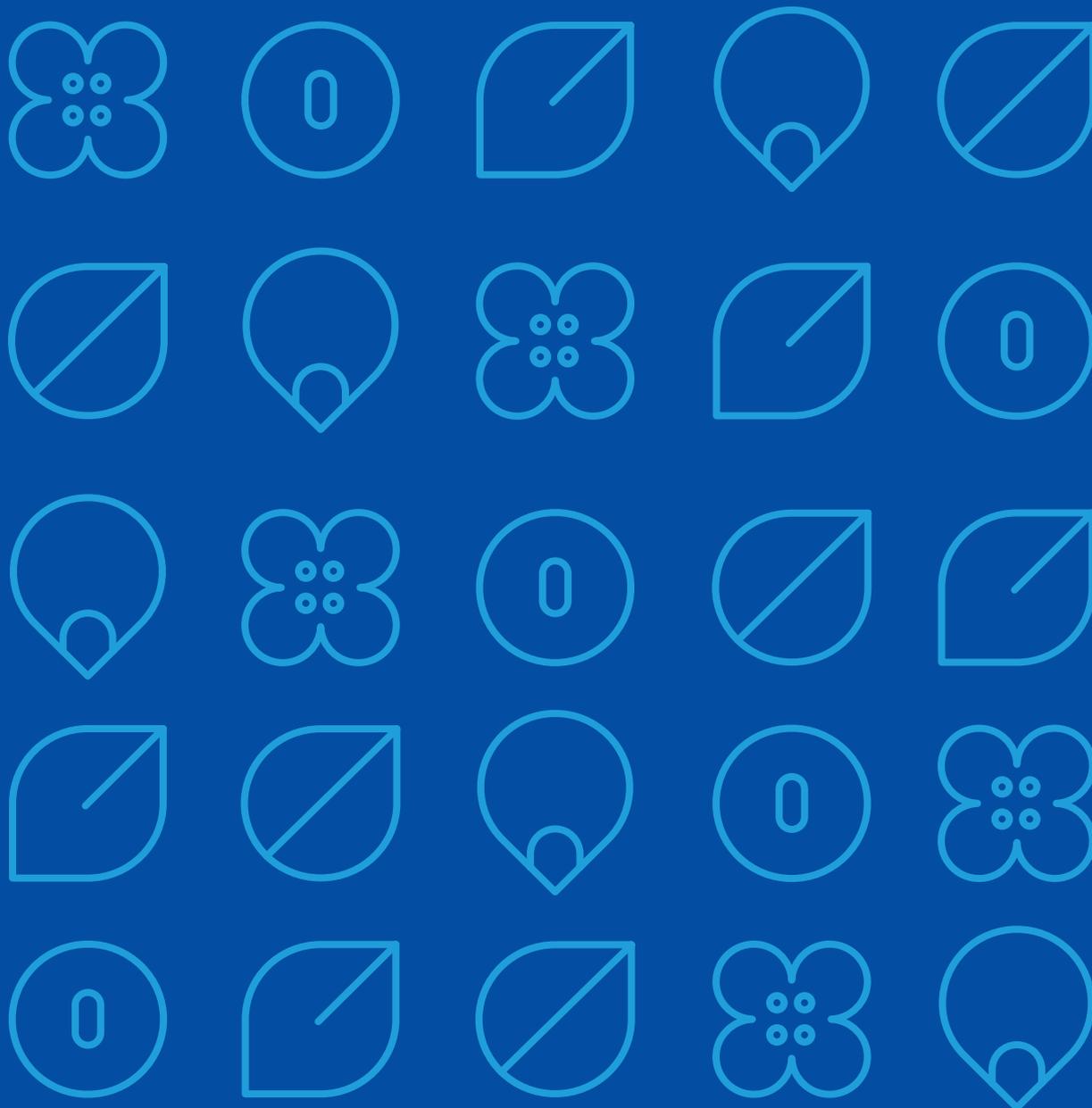
Todo documento modificado deberá reemplazarse por la última versión y se debe asegurar el retiro y disposición de todas las copias obsoletas que estaban en circulación.

Es recomendable que las modificaciones efectuadas se registren en un apartado en el propio documento para facilitar la familiarización con los cambios.

En caso de que la organización decida conservar documentos antiguos, se deben identificar de forma clara e inequívoca para evitar confusiones con los vigentes y almacenarlos de forma tal de imposibilitar su circulación.

Se recomienda:

- Documentar las condiciones para la elaboración, la aprobación y el control documental.
- Adoptar un formato normalizado para cada tipo de documento.
- Mantener un listado actualizado de los documentos internos, externos y registros.



SEGUNDA PARTE
REQUISITOS Y DIRECTRICES

Capítulo 3:
Requisitos relativos
al personal

Capítulo 3: Requisitos relativos al personal

El personal de laboratorio debe tener y mantener las competencias necesarias para realizar las determinaciones y la evaluación de los desvíos en un laboratorio de análisis de granos.

Todo el personal del laboratorio puede identificar necesidades de capacitación y entrenamiento para la realización de los ensayos y actividades que se realizan en el laboratorio.

El responsable del laboratorio es la persona encargada de planificar y definir las capacitaciones correspondientes al personal según las necesidades detectadas, así como de asegurarse de que se realice el mantenimiento de la aptitud del personal estable.

3.1 Capacitación

Las necesidades de capacitación pueden surgir, entre otros, por:

- Nuevas responsabilidades.
- Cambios en la normativa vigente.
- Cambios en el equipamiento del laboratorio.
- Incorporación de nuevos procesos.

Es recomendable que, frente a una necesidad identificada, se prevean los recursos necesarios para efectuar dicha capacitación.

El responsable del laboratorio **deberá** registrar las capacitaciones que se realicen incluyendo como mínimo:

- Nombre de la persona capacitada.
- Puesto de trabajo.
- Nombre de la capacitación.
- Responsable de dictarla.
- Fecha de realización.
- Duración.
- Evaluación de la capacitación.

Una vez efectuada la capacitación, evaluar su efectividad permite conocer si el personal ha adquirido las habilidades y los conocimientos esperados. Si se identifican brechas entre el conocimiento esperado y el adquirido, se sugiere registrarlo y tomar las medidas necesarias para solucionarlo, por ejemplo, realizando ajustes en la asignación de recursos para capacitación, buscar otras capacitaciones disponibles en el mercado, entre otras.

Ver modelo de registro de capacitaciones en Anexo 3.

3.2 Entrenamiento del personal

Tanto el personal que ingresa al laboratorio como el que asume nuevas tareas, debe ser entrenado en la ejecución de las tareas en las que se va a desempeñar por el responsable del laboratorio o por quien este designe.

Para el caso del personal nuevo, también es necesario el entrenamiento en el sistema de gestión de calidad, elementos de seguridad, herramientas informáticas y buenas prácticas de laboratorio.

Se debe generar un plan de entrenamiento (ver modelo en Anexo 4) para cada persona a entrenar, que debe incluir:

- Nombre de la persona a entrenar.
- Período de entrenamiento.
- Actividad que va a realizar, que puede ser referenciada con el nombre de un ensayo, protocolo o documento.
- Fecha y responsable del entrenamiento.
- Método de entrenamiento utilizado (por ejemplo, para los ensayos de humedad y materia grasa: réplicas de ensayo, análisis de muestras de valor conocido, como pueden ser: muestra de control interna, material de referencia, muestras ya analizadas por analistas entrenados o en otro laboratorio, ensayos de aptitud, etc.).
- Aprobación por el responsable del laboratorio y fecha.

Los responsables de entrenamientos de ensayos, herramientas informáticas utilizadas, procedimientos internos, elementos de seguridad y sistema de gestión de calidad pueden ser analistas entrenados y habilitados.

Todos los entrenamientos incluyen dos etapas:

- **Etapas A:** La persona que está siendo entrenada lee y entiende los procedimientos, protocolos, manuales y normas aplicables en la tarea a realizar, luego se le enseñan los aspectos prácticos en forma detallada,

mientras sigue los pasos descritos en la documentación aplicable. La etapa se completa cuando quien entrena considera que el entrenado puede realizar la tarea sin supervisión.

- **Etapa B:** La persona que se está entrenando demuestra que puede realizar la tarea y obtener resultados dentro de los criterios de aceptación establecidos por el laboratorio.

¿Cuándo se puede dar por finalizado el entrenamiento?

- Para los métodos fisicoquímicos: cuando el entrenado es capaz de realizar al menos dos determinaciones que cumplan las condiciones de repetibilidad y veracidad (ver Capítulo 8) de los métodos de ensayo seleccionados.
- Para el método físico de clasificación de granos dañados o defectuosos y materias extrañas e impurezas: el laboratorio deberá establecer un criterio para dar por finalizado el entrenamiento. Este criterio debe basarse en la experiencia de la persona a entrenar, el parámetro físico a evaluar y el nivel de daño de las muestras utilizadas para el entrenamiento.

El entrenamiento debe basarse en el análisis de muestras por duplicado, con distintos niveles de defectos, comparar los resultados con los de un analista referente y cumplir con el requisito de repetibilidad del ensayo establecido por el laboratorio (ver Capítulo 8). También se pueden analizar muestras de ensayo de aptitud y/o muestras de control interno de valor conocido, comparación de resultados con diferentes analistas referentes, etc.

Al tratarse de ensayos subjetivos, más allá de la realización de estas determinaciones por parte del analista en entrenamiento, es el analista referente quien definirá finalmente, según su criterio técnico, si el personal en entrenamiento se encuentra apto para realizar los ensayos sin supervisión.

- En el caso de herramientas informáticas (por ejemplo, software de la empresa), procedimientos internos (por ejemplo, el ingreso de la muestra al laboratorio), elementos de seguridad (por ejemplo, equipos de protección) y sistema de gestión de calidad (por ejemplo, gráficos de control): cuando el analista entrenador considere que el analista en entrenamiento realiza correctamente la actividad y el registro correspondiente.

En el Anexo 5 se presenta un modelo de registro de entrenamiento y habilitación.

3.3 Habilitación del personal

Finalizadas las etapas A y B de entrenamiento (punto 3.2), se considera que la persona está entrenada para realizar esa tarea y se deberá registrar su habilitación.

Las etapas de entrenamiento y habilitación, así como la información que se considere relevante, es registrada por quien entrena al analista (ver modelo de registro en Anexo 5) y debe incluir:

- Nombre de la persona en entrenamiento.
- Actividad que va a realizar y documento que la referencia.
- Fechas de realización de las actividades.
- Firmas del entrenador y del entrenado.
- Firma del personal responsable de la habilitación y del entrenado.
- Trazabilidad a registros donde se realizó la tarea, ejemplo, planilla de datos.

3.4 Mantenimiento de la aptitud para realizar el ensayo

La **verificación del mantenimiento de la aptitud** para la realización de ensayos se hace, por lo menos, una vez al año y se debe dejar constancia en el registro del personal habilitado.

Los criterios para evaluar si el personal mantiene la aptitud para desarrollar la tarea pueden ser, a modo de ejemplo,

Para los métodos fisicoquímicos:

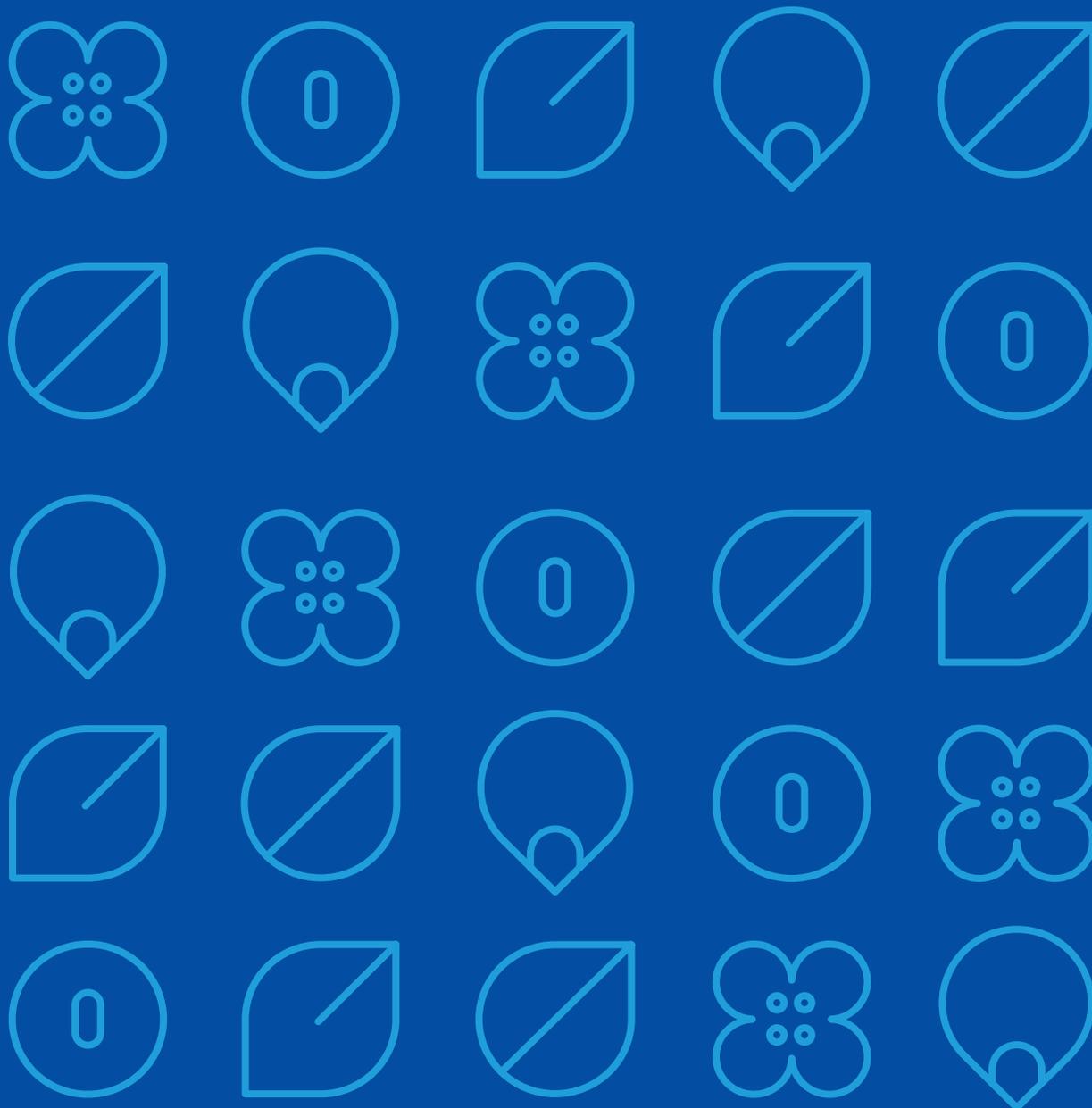
- Que el resultado quede dentro del rango del gráfico de control correspondiente al ensayo.
- Que el resultado obtenido en el análisis de muestras de ensayos de aptitud o intercomparaciones sea conforme.
- Que el resultado obtenido en el análisis de muestras de valor conocido sea conforme.

En el caso de los ensayos de calidad física, es crítico el mantenimiento del criterio de análisis, el cual se realiza participando de:

- Ensayos de aptitud.
- Talleres de unificación de criterios.
- Jornadas de comparación u observación de clasificación de granos con personas referentes en la temática.

Cuando se detectan apartamientos asignables a un analista, se registra en las planillas de control de calidad correspondientes a dicho ensayo (ver Capítulo 8) y se retira la habilitación para realizar el ensayo sin supervisión hasta haber procedido con el reentrenamiento que corresponda según el punto 3.2.

En caso de tercerizar los análisis, el laboratorio debe asegurarse de que el personal del proveedor contratado cumpla con los requisitos de capacitación, entrenamiento y habilitación establecidos, así como con el mantenimiento de la aptitud para realizar los ensayos.



SEGUNDA PARTE
REQUISITOS Y DIRECTRICES

Capítulo 4:
Requisitos relativos
al equipamiento

Capítulo 4: Requisitos relativos al equipamiento

Los equipos afectan de diferentes formas la calidad de los resultados de ensayos o verificaciones y deben ser controlados según el uso previsto. Por ello es fundamental establecer las condiciones necesarias para ponerlos y mantenerlos en servicio, con una instalación adecuada, condiciones ambientales particulares cuando corresponda, mantenimientos preventivos y correctivos, calibración o verificación.

Este capítulo brinda herramientas para definir y establecer criterios para un correcto uso de los equipos utilizados durante la realización de los ensayos mencionados en el Capítulo 6 “Métodos analíticos”, de modo que permitan obtener resultados válidos y confiables, además de prevenir su deterioro.

4.1 Listado de equipos

Cada laboratorio debe mantener un listado actualizado de los equipos de medición de los que dispone, indicando si requieren o no mantenimiento, calibración o verificación, así como su rotulación. Dicho listado debe contener, como mínimo, los siguientes elementos:

- Nombre del equipo.
- Nombre del fabricante.
- Código de trazabilidad utilizado por el laboratorio (identificación única y clara).
- Tipo, número de serie o cualquier identificación individual.
- Ubicación actual, cuando corresponda.
- Condiciones ambientales necesarias para su uso, si corresponde.

Además, incluir, siempre que se disponga de ella, la siguiente información:

- Fecha de recibo y puesta en servicio.
- Condición cuando fue recibido (nuevo, usado o reacondicionado).
- Identificación de las instrucciones del fabricante.
- Identificación de los procedimientos aplicables en cuanto a operación y mantenimiento.
- Responsable de la calibración o verificación y mantenimiento del equipo.

4.2 Registro histórico de equipo

Se **debe incluir en este registro** la historia del equipo respecto a daños, reparaciones, modificaciones, defectos, etc.

Se completan los siguientes campos, cuando correspondan:

- Intervención efectuada al equipo.
- Fecha de la intervención.
- Situación del equipo (conforme, no conforme, uso limitado).
- Nombre del ejecutante de la intervención (si es externa indicar la empresa o institución).
- Información concerniente al equipo.

4.3 Confirmación metrológica

Antes del uso de un equipo, este debe ser evaluado técnicamente para asegurar que los resultados obtenidos sean confiables y veraces. Para lograr esto es necesario realizar la confirmación metrológica.

Todas las **calibraciones** deben ser trazables al sistema internacional de medidas siempre que esto sea posible. De no serlo, se debe demostrar que se selecciona la mejor opción disponible y se debe definir el medio para asegurar el correcto funcionamiento del equipamiento. Se puede utilizar muestras de control o programas de ensayos de aptitud, según sea pertinente.

Todas estas acciones deben estar suficientemente documentadas.

Para seleccionar el proveedor de calibración se recomienda que esté acreditado o que cumpla con los requisitos de la norma ISO/IEC 17025 (International Organization for Standardization, 2017), y que las metodologías de las **calibraciones o verificaciones** estén descriptas o referenciadas en el informe entregado por el proveedor y sean trazables al SIM.

El resultado de la calibración o verificación interna o externa se registra con los siguientes datos, como mínimo:

- Fecha de calibración o fecha de verificación.
- Identificación del equipo.
- Responsable del equipo.
- Procedimiento de calibración o verificación aplicable.
- Identificación del patrón, equipo de referencia o material de referencia utilizado y su trazabilidad metrológica.

- Condiciones ambientales en las cuales se realizó la calibración o verificación, si corresponde.
- Responsable de la calibración o verificación.
- Datos de calibración o verificación establecidos por el procedimiento de calibración o verificación aplicable.
- Incertidumbre de la calibración.

Estos datos pueden ser registrados en un único registro o en más de uno relacionados entre sí.

El estado del equipo luego de la calibración o verificación, el tipo de intervención realizada y las acciones aplicadas son registrados en el registro histórico del equipamiento u otro registro trazable de la intervención realizada.

Cada vez que ocurre un mantenimiento, se debe evaluar si influye en el comportamiento del equipo. Si es así, se debe proceder a la reevaluación de las condiciones del equipo (calibrar o verificar, según lo que corresponda).

4.4 Adecuación al uso de los equipos

Luego de calibrados los equipos utilizados en los ensayos, se requiere evaluar si son adecuados para el uso previsto. Para ello, primero, se deben determinar los requisitos o especificaciones de los ensayos, y, posteriormente, con la información obtenida del control metrológico se debe evaluar si el equipo es adecuado para cumplir dichas especificaciones.

Se debe tener en cuenta lo siguiente:

- a) Existen especificaciones para los equipos establecidas por la norma o protocolo de ensayo, que definen en forma implícita o explícita los requisitos, por ejemplo:
 - “Utilizar la zaranda de espesor 0,8 mm; cantidades de orificios 400/100 cm²; diámetro de los orificios 3 mm”.

En este caso los requisitos son los especificados en la norma o protocolo de ensayo si se trabaja con métodos normalizados.

- b) Está definida por norma, protocolo de ensayo u otra especificación una tolerancia para una magnitud cuya medida se realiza en forma directa con el equipo de medición en particular, por ejemplo:
 - “Secar la muestra a $(130 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$ ”

Si se define como requisito para el equipo de medición (estufa) una incertidumbre expandida de calibración, U ($k= 2$) menor o igual a un tercio

($\frac{1}{3}$) de la tolerancia en el valor de la magnitud que se lee, los límites de aceptación pueden ser tomados igual a los de tolerancia.

En caso de no disponerse de una estufa que cumpla este requisito, pueden establecerse límites de aceptación más estrictos para mantener el mismo nivel de confianza, Es decir, los límites de aceptación se calculan teniendo en cuenta la nueva incertidumbre, para garantizar que el valor real está contenido dentro del intervalo de tolerancia (130 ± 3) °C al mismo nivel de confianza (ver ejemplo en Anexo 7b).

Nota: Tener en cuenta que muchas veces en las normas lo que figura como límites de tolerancia en realidad son límites de aceptación.

- c) El ensayo fue validado con equipos de medición de determinadas especificaciones: en este caso las especificaciones del equipamiento usado son los requisitos para la realización de ese ensayo. Todo equipamiento que cumpla con los requisitos es adecuado al uso, por ejemplo: medidores rápidos.

Es necesario documentar el análisis de adecuación al uso, dejando claro registro de toda la información y criterios considerados (ver en Anexo 6 un modelo de registro de adecuación al uso).

En el Anexo 7 se exponen ejemplos de adecuación al uso de equipos como balanza, estufa, termómetro y cronómetro.

4.5 Verificación de equipos de medición rápida

Los equipos de medición rápida son muy utilizados en los laboratorios de granos por razones de simplicidad de operación y rendimiento, además de ser métodos rápidos y no destructivos.

El análisis cuantitativo a través de la tecnología NIR consiste en que un haz de luz en el espectro del infrarrojo interactúa con la muestra y el equipo con la señal resultante, construye un espectro, el cual, mediante una curva de calibración, convierte dicha señal en valores de humedad, proteínas, materia grasa, etc.

Las curvas de calibración tienen que modelarse con los métodos de referencia de análisis (métodos primarios). Esta información se ajusta a una regresión lineal, la cual se utiliza para interpolar las lecturas NIR a concentraciones fisicoquímicas determinadas por métodos primarios. La solidez y la precisión dependen en gran medida de:

- Las muestras elegidas para el desarrollo de la calibración.
- La precisión de los métodos de referencia.
- El procedimiento de calibración en sí.

Requisitos adicionales para el control y el uso de los medidores rápidos:

1. Recomendaciones de uso:

- Siga las recomendaciones de uso del fabricante.
- Siga el procedimiento de control diario del fabricante antes de comenzar las pruebas.
- Las muestras a analizar deben estar libres de materias extrañas e impurezas.
- Por lo tanto, antes de la verificación, limpie las muestras de la misma manera que se haría en la práctica diaria.
- Las muestras y el equipo deben estar en condiciones “normales” de temperatura (evitar temperaturas extremas). La temperatura de la muestra y la temperatura del instrumento pueden causar cambios en los espectros NIR cuando son diferentes de las utilizadas en la calibración.

2. Instrucciones para la verificación de curvas de calibración:

Para realizar la verificación de un parámetro para un producto en cuestión hay algunas pautas que se deben tomar en consideración:

- Las muestras deben ser representativas del lote.
- La determinación del valor por el método de referencia y por el equipo rápido debe hacerse sobre las mismas muestras.
- Se debe procurar que entre la medida en el equipo rápido y la determinación del valor real por el método de referencia transcurra el menor tiempo posible, para evitar alteraciones de las muestras.

Una vez que se tengan todos los pares de datos de las muestras necesarios (valores del equipo de medición rápida y valores de referencia), conformados por al menos diez datos distribuidos en el rango de medición de interés, hay que evaluar las diferencias entre los métodos:

- Si las diferencias son aceptables, registrar la verificación y su aceptación de uso según se define en este capítulo.
- Si las diferencias son significativas, seguir las instrucciones del punto 3 del presente apartado o llamar al proveedor técnico del equipo.

3. Instrucciones para cambio de bias o intercepto pendiente

En caso de que el equipo presente diferencias significativas con respecto a los métodos de referencia, se debe ajustar el bias o intercepto pendiente.

- Analizar por lo menos diez muestras por el equipo de medición rápida según el procedimiento descrito por el laboratorio de análisis y por los métodos de referencia con los cuales es verificado el equipo.

- Evaluar si amerita realizar un ajuste en la curva y, en caso de ser necesario, seleccionar en el equipo la curva a ajustar, luego editar y guardar.
- Verificar el ajuste de la curva con muestras independientes a las utilizadas para realizar dicho ajuste.
- Registrar los cambios realizados, su verificación y su aceptación de uso según se define en este capítulo.

La tecnología NIR se considera un método secundario, en el que es necesario tener el equipo bajo control mediante los procedimientos de verificación. Asegurarse de que la Norma para llevar a cabo la determinación por el método de referencia sea la adecuada, ya que es con la que se ajustará la curva del equipo de medición rápida, así como tener en cuenta la expresión del resultado, por ejemplo, si la humedad se expresa en base húmeda o seca.

4.6 Cronograma de calibración o verificación

Los controles metrológicos que se aplican a los equipos se deben registrar en un **cronograma de calibración o verificación**, estableciendo su frecuencia.

La elección inicial del intervalo y su tolerancia debe tener en cuenta, entre otros:

- a) Tipo de equipamiento.
- b) Recomendación del fabricante.
- c) Extensión y severidad del uso.
- d) Tendencia al desgaste y a la inestabilidad.

La frecuencia de calibración o verificación definida debe ser respetada y puede ser anticipada debido a la realización de una intervención no prevista del equipamiento.

Si ocurren postergaciones no justificadas de la calibración o verificación en relación con lo programado, se sigue el procedimiento para tratamiento de equipos no conformes (ver punto 4.11).

Luego de calibrado o verificado el equipo, se analiza el certificado o informe para verificar su adecuación al uso.

Las correcciones que surgen de las calibraciones de equipos pueden utilizarse para corregir las lecturas del equipo, despreciarse si es pertinente, dejando registro de este hecho, o incluirse dentro de la incertidumbre de calibración. Para el etiquetado de los equipos con correcciones u otra

información relevante para su correcto funcionamiento, proceder conforme al control de registros aplicable (ver Capítulo 2 “Requisitos relativos al control documental”).

Es necesario realizar las verificaciones intermedias para comprobar el estado de calibración del equipo con base en un procedimiento documentado. Estas comprobaciones deben ser registradas.

En el caso de las calibraciones o verificaciones que se solicitan a un proveedor externo, debidamente evaluado y seleccionado de acuerdo con los requisitos del equipo, se debe informar al responsable de la calibración el rango de uso y los requerimientos de incertidumbre necesarios para el uso.

Al recibir un equipo verificado o calibrado, es necesario verificar los siguientes ítems:

- Condiciones generales del equipo, daños o alteraciones de las características dimensionales y funcionales.
- Inviolabilidad del lacre de integridad, si corresponde.
- Certificado de calibración o verificación del equipo, el cual debe contener la siguiente información:
 - a) Descripción e identificación individual del equipo.
 - b) Fecha en que fue realizada la comprobación.
 - c) Resultados de calibración y ajustes obtenidos.
 - d) Identificación de los procedimientos de calibración o verificación.
 - e) Fuente de calibración utilizada para obtener trazabilidad (patrones).
 - f) Condiciones ambientales relevantes con una declaración sobre correcciones necesarias.
 - g) Declaración de las incertidumbres involucradas en la calibración del equipo y sus efectos acumulativos.
 - h) Cualquier limitación de uso.
 - i) Identificación de las personas que realizaron la confirmación (si son externas, indicarlo).

4.7 Mantenimiento preventivo de equipos

Como se mencionó en el punto 4.1, cada laboratorio debe disponer de un listado actualizado de los equipos que utiliza en sus ensayos, en el cual se incluye la información sobre si se requiere o no mantenimiento preventivo. Es responsabilidad del encargado del laboratorio que dicho listado se mantenga

actualizado, generando un registro de intervención cada vez que se realiza un mantenimiento al equipo.

La elaboración y aprobación del **plan de mantenimiento preventivo** se realizará basándose en información técnica de los fabricantes y en el conocimiento experimental de los equipamientos. Este plan debe incluir todos los equipos e instalaciones cuya falta de mantenimiento preventivo se considere que afecta la calidad del ensayo (incluye equipos de uso poco frecuente que necesiten mantenimiento para conservarlos operativos).

Los planes elaborados deben tener como mínimo la identificación correspondiente de cada equipo y si el mantenimiento será realizado por el laboratorio o por un proveedor externo.

Para servicios requeridos externamente, es responsabilidad del encargado de laboratorio solicitar y evaluar técnica y económicamente las propuestas para la prestación del servicio.

En estos casos de contratación de servicios de mantenimiento externos se debe solicitar un informe escrito a la empresa que realice el trabajo. Dichos informes deberán ser archivados.

Se recomienda que los técnicos realicen el seguimiento de las tareas de los servicios contratados y presencien la instalación y puesta en funcionamiento de equipos nuevos.

Es responsabilidad del encargado del laboratorio:

- Asegurar que los equipos sean operados solo por personal competente para esa actividad.
- Una vez concluido el mantenimiento del equipo, analizar el informe de mantenimiento si corresponde, para luego realizar una confirmación de aptitud del equipamiento.
- Identificar la situación de uso del equipo, luego de analizado el informe.
- Disponer de una lista de proveedores calificados para el mantenimiento de equipos e instalaciones.
- Verificar causas de fallas de equipos y estudiar los efectos que estas fallas pueden haber tenido en servicios ya prestados.

4.8 Mantenimiento correctivo de equipos

Para el mantenimiento correctivo de los equipos el responsable del laboratorio deberá solicitar al proveedor seleccionado la reparación del equipamiento o instalación que lo requiera.

Una vez concluida la reparación del equipo, deberá analizar el informe de mantenimiento (si corresponde) para luego realizar una confirmación de aptitud.

4.9 Operación del equipo

El responsable del equipo es el personal que se encuentra encargado de la evaluación del control metrológico, uso correcto y estado del equipo.

Todos los equipos deben ser operados por personal autorizado. Esta autorización queda comprendida dentro de la habilitación para la realización de la tarea (ver Capítulo 3) o en el registro histórico del equipo para usuarios poco frecuentes.

En cada laboratorio se debe disponer de instrucciones para la manipulación segura, el transporte, el almacenamiento, el uso y el mantenimiento de los equipos (manual del equipo, procedimientos, etc.). Se deben mantener accesibles para el usuario los manuales de uso de los equipos o un equivalente en un idioma manejado por él. Cualquier limitación adicional en el uso se deberá indicar por rótulos y en los procedimientos se debe destacar cualquier operación que pueda ocasionar un riesgo para el equipo.

Las condiciones ambientales necesarias para la utilización de equipos deben ser descritas en el procedimiento de uso del equipo, si corresponde.

Frente a la necesidad de transportar un equipo, hay que evaluar si es necesario demostrar que el transporte no afectó su funcionamiento. Esto se logra, por ejemplo, realizando una calibración o verificación antes y luego del transporte. En este caso se deberá dejar registro.

4.10 Identificación de equipos

Todos los equipos de medición y el software relacionado deberán ser identificados de forma tal que su estado de funcionamiento sea fácilmente reconocible.

4.10.1 Identificación por etiquetas

La identificación del equipamiento puede realizarse por medio de etiquetas. En este caso el laboratorio deberá etiquetar el equipamiento de acuerdo con su estado de funcionamiento. Cuando esto no es posible, se debe incluir la etiqueta en un lugar próximo al uso del equipamiento, por ejemplo, en el lugar de almacenamiento o transporte, de manera de prevenir su mal uso.

Estado de funcionamiento	Contenido mínimo de la etiqueta	Modelo de etiqueta																								
<p>Equipos con calibración periódica (por ejemplo, estufas, balanzas):</p> <p>Los equipos de medición a los que interesa calibrar periódicamente se deberán marcar con una etiqueta para indicar que el instrumento está calibrado y cumple con las especificaciones requeridas.</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Número: registro de calibración o verificación. - Tolerancia del equipo, o del período de calibración, cuando corresponda. - Fecha de última calibración: Indicar la fecha de última calibración. - Próxima calibración: Indicar la fecha de la próxima calibración o verificación marcando el mes y el año. 	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p style="text-align: center;">INSTRUMENTO CONTROLADO</p> <p>Número: Tolerancia: Fecha de última calibración: Próxima calibración:</p> <table border="1" style="width: 100%; text-align: center; border-collapse: collapse;"> <tr> <td>1</td><td>2</td><td>3</td><td>4</td><td>5</td><td>6</td><td>7</td><td>8</td><td>9</td><td>10</td><td>11</td><td>12</td> </tr> <tr> <td>25</td><td>26</td><td>27</td><td>28</td><td>29</td><td>30</td><td colspan="6"></td> </tr> </table> <p style="text-align: center;">Etiqueta color blanco</p> </div>	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	25	26	27	28	29	30						
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12															
25	26	27	28	29	30																					
<p>Equipos con verificación o calibración previa al uso (por ejemplo, ajuste de sensibilidad de la balanza):</p> <p>Utilizar una etiqueta para indicar que el equipo deberá ser calibrado o verificado antes de usar.</p>	<p style="text-align: center;">----</p>	<div style="border: 1px solid black; padding: 10px; text-align: center; background-color: #008000; color: white;"> <p>Calibrar (verificar) antes de usar</p> </div> <p style="text-align: center;">Etiqueta color verde</p>																								
<p>Equipos con calibración o verificación, pero tiene uso restringido (por ejemplo, no es apto para ser utilizado en todo su rango):</p> <p>Etiquetar indicando el rango en que es apto o las restricciones encontradas.</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Número: registro de calibración o verificación. - Tolerancia del equipo, cuando corresponda. - Fecha de última calibración: Indicar la fecha de última calibración. - Próxima calibración: Indicar la fecha de la próxima calibración o verificación marcando el mes y el año. 	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p style="text-align: center;">USO RESTRINGIDO</p> <p>Número: Tolerancia: Fecha de última calibración: Próxima calibración:</p> <table border="1" style="width: 100%; text-align: center; border-collapse: collapse;"> <tr> <td>1</td><td>2</td><td>3</td><td>4</td><td>5</td><td>6</td><td>7</td><td>8</td><td>9</td><td>10</td><td>11</td><td>12</td> </tr> <tr> <td>25</td><td>26</td><td>27</td><td>28</td><td>29</td><td>30</td><td colspan="6"></td> </tr> </table> <p style="text-align: center;">Etiqueta color amarillo</p> </div>	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	25	26	27	28	29	30						
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12															
25	26	27	28	29	30																					
<p>Equipos que no requieren calibración o verificación:</p> <p>Los equipos que se decide no calibrar o verificar se deberán marcar con una etiqueta</p>	<p style="text-align: center;">----</p>	<div style="border: 1px solid black; padding: 10px; text-align: center;"> <p>No requiere calibración / verificación</p> </div> <p style="text-align: center;">Etiqueta color blanco</p>																								

Tabla 1. Modelo de etiquetas para equipos en uso

b) Equipos que no están en uso

Estado de funcionamiento	Modelo de etiqueta
<p>Equipos en reserva:</p> <p>Hay que indicar que el equipo está en Reserva. Se pueden poner en categoría de reserva aquellos equipos que nunca fueron usados y aquellos que no fueron usados desde la última calibración o verificación y no lo serán por el momento. Antes de usarlos realizar una confirmación metrológica.</p>	 <p>Etiqueta color amarillo</p>
<p>Equipos fuera de uso:</p> <p>Hay que indicar que un equipo se encuentra “no conforme” y como tal no puede ser usado.</p>	 <p>Etiqueta color rojo</p>

Tabla 2. Modelos de etiquetas para equipos fuera de uso

4.10.2 Identificación sin etiqueta

En el caso de que no sea posible usar una etiqueta de situación o estado del equipo en el cuerpo de este o fijarla cerca del lugar de uso del equipo, debe ser sustituida por una identificación que referencia a un registro que evidencie la situación actual del equipo y contenga como mínimo los siguientes datos:

- Código de trazabilidad utilizado por el equipo.
- Necesidad o no de calibración o verificación del equipo.
- Mes y año de la última calibración o verificación.
- Mes y año de la próxima calibración o verificación.
- Limitación de uso, si corresponde.

4.11 Tratamiento de equipos no conformes

Serán considerados equipos no conformes aquellos que:

- Se hayan excedido en la frecuencia de calibración o verificación establecida y no se haya realizado una verificación de que su uso pueda ser extendido.
- Revelen mal funcionamiento.
- Hayan sufrido sobrecarga.
- Estén fuera de especificación detectada por la calibración o verificación.
- Presenten duda por reclamo de un cliente.
- Hayan sido cambiados de ubicación sin una verificación posterior de funcionamiento cuando el equipo no está diseñado para este fin.
- Se hayan dañado durante los mantenimientos.
- Den resultados cuestionables.

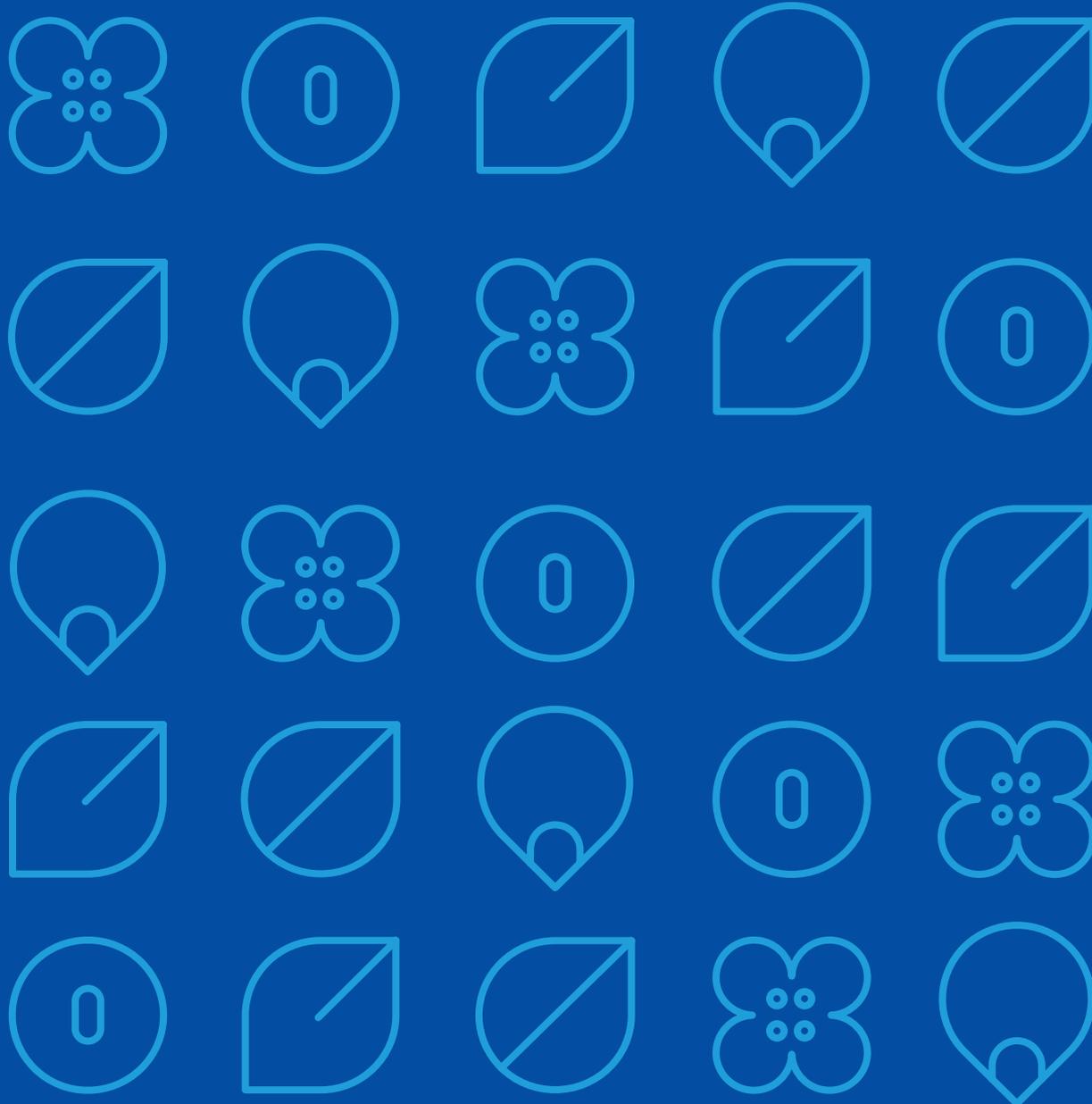
El equipo no conforme deberá ser retirado inmediatamente de servicio e identificado con la etiqueta adecuada.

Se detallan a continuación algunas acciones a tomar:

- Someter el equipo a ajustes o reparaciones seguidos de calibraciones o verificaciones correspondientes.
- Si el ajuste o reparación fuera imposible, disponer del equipo y de ser necesario gestionar su sustitución.
- Reevaluar la frecuencia de calibración o verificación y en caso de que cambie dejarlo documentado en el cronograma correspondiente.
- Estudiar los resultados de los últimos ensayos en los cuales el equipo haya intervenido para verificar si los comprometen o no.

Se debe mantener registro de las situaciones no conformes como trabajo no conforme y de las acciones tomadas, incluyendo el análisis de efectividad (adecuación al uso) en cumplimiento con lo definido en este capítulo y en el Capítulo 7 "Tratamiento de no conformidades y quejas".

En caso de que el laboratorio tercerice los análisis y el proveedor utilice su propio equipamiento, es responsabilidad del laboratorio asegurarse de que dicho equipamiento cumpla con los requisitos de confirmación metrológica, mantenimiento y adecuación al uso establecidos en este manual.



SEGUNDA PARTE
REQUISITOS Y DIRECTRICES

Capítulo 5:
Gestión de muestras

Capítulo 5: Gestión de muestras

Este capítulo describe las operaciones a realizar para:

- La extracción de una muestra representativa.
- El embalaje, identificación y trazabilidad de la muestra durante la cadena de custodia.
- El almacenamiento que preserve las propiedades de la muestra extraída.

5.1 Toma de muestras (muestreo)

La extracción de muestras representativas en las operaciones de recibo de granos en cualquiera de las etapas de comercialización reviste particular importancia, por cuanto **los resultados de los análisis de calidad y la posterior liquidación del lote entregado dependen necesariamente de la forma en que las muestras sean obtenidas.**

Para la correcta extracción de muestras representativas de las partidas de granos, se deben seguir los procedimientos operativos establecidos en la normativa vigente. A continuación, se detallan los documentos aprobados por la resolución del MGAP-DGSA n° 388/024 del 31 de mayo de 2024 (Uruguay. Ministerio de Ganadería Agricultura y Pesca, 2024), que proporcionan instrucciones específicas para este proceso:

- Procedimiento operativo para la extracción de la muestra representativa de las partidas de granos (Anexo I).
- Instructivo para el uso y control de los divisores de muestra (Anexo II).
- Instructivo para la obtención de muestras de arbitraje (Anexo III).
- Instructivo de obligaciones de los acopios y transportistas ante la toma de muestras (Anexo IV).

5.2 Embalaje

Las muestras deberán estar debidamente empaquetadas, selladas, identificadas y autenticadas.

5.2.1 Embalaje

Se recomienda el uso de un envase impermeable para el envasado de muestras de modo de mantener la humedad.

5.2.2 Sellado

Se recomienda el uso de una termoselladora o selladora de bolsas, la cual permite, mediante el uso de calor y presión, sellar envases plásticos con el objetivo de conservar durante mayor tiempo las propiedades de su contenido.

5.2.3 Identificación

El etiquetado debe ser visible y de difícil remoción, asegurando una información correcta, clara, veraz y en español.

La información mínima que deberá contener la etiqueta de la muestra es:

- Fecha de extracción de la muestra.
- Operación comercial, partes involucradas.
- Descripción del producto (por ejemplo, soja, colza, etc).
- Identificación del lote (matrícula, por ejemplo).
- Responsable del muestreo.

Nota: Esta información deberá ser trazable al registro de observación del lote.

5.2.4 Autenticación

Las muestras deberán ser firmadas o rubricadas por el muestreador designado por la empresa responsable del muestreo.

5.3 Uso de la muestra final o lacrada

Las muestras finales o lacradas recolectadas tendrán el siguiente destino: se deberá entregar una muestra al interesado y las otras dos restantes las conservará la empresa que realiza el muestreo, una de las cuales será analizada por el laboratorio y la otra deberá ser preservada como una contramuestra y será la muestra que se deberá analizar por un tercero en caso de controversias con necesidad de arbitraje.

5.4 Preparación y acondicionamiento de la muestra de laboratorio

Se debe minimizar el tiempo entre el ingreso de la muestra y su procesamiento, el tiempo de exposición al aire, luz, altas temperaturas y otras variables que puedan afectar las condiciones originales de la muestra.

5.4.1 Homogeneización

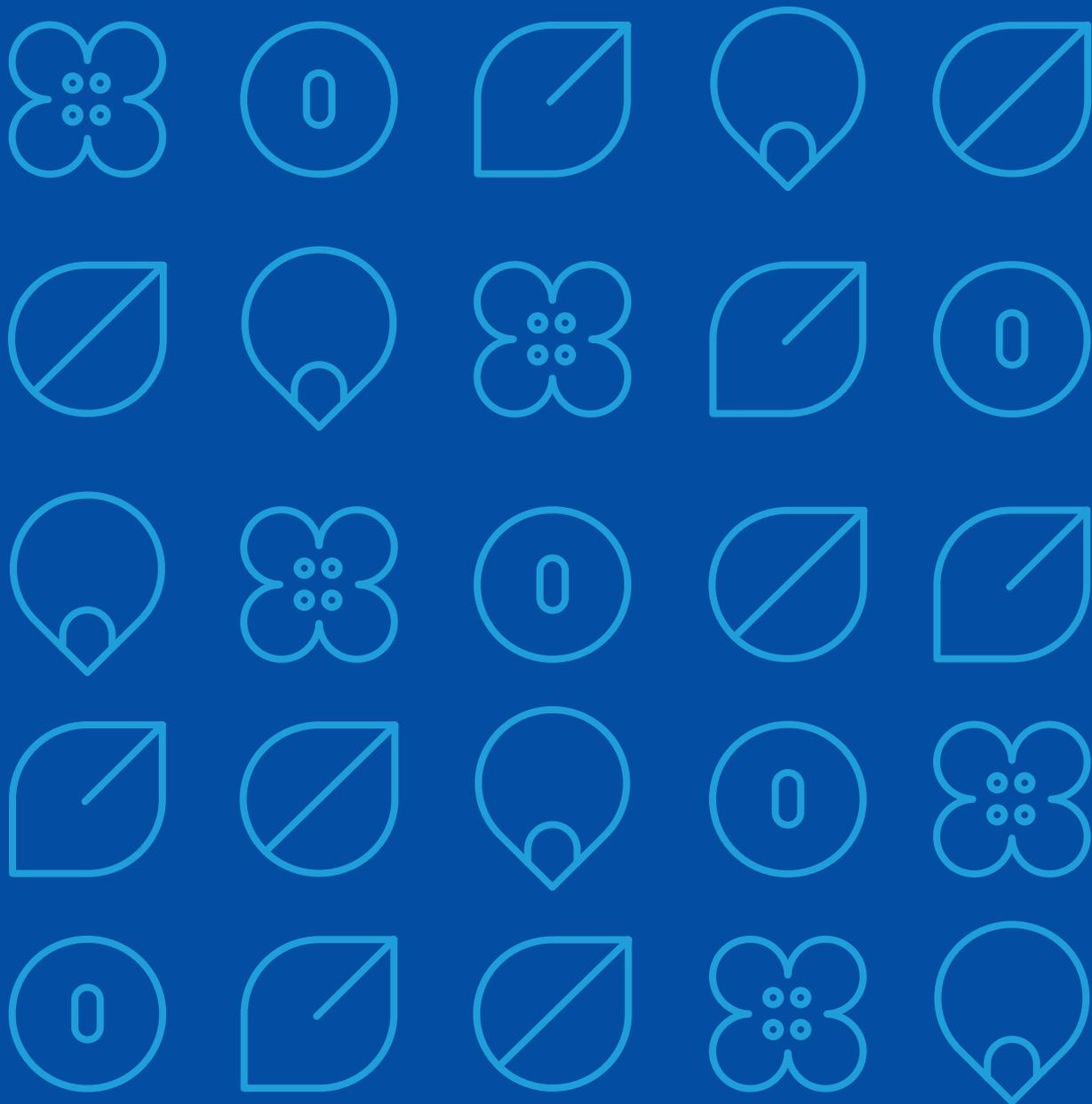
La homogeneización de muestras se debe realizar de acuerdo con la normativa vigente aprobada por la resolución n° 388/024 del 31 de mayo de 2024, "Instructivo para el uso y control de los divisores de muestras (Anexo II)" (Uruguay. Ministerio de Ganadería Agricultura y Pesca, 2024).

5.4.2 División o cuarteo

La división de muestras se debe realizar de acuerdo con la normativa vigente aprobada por la resolución n° 388/024 del 31 de mayo de 2024, "Instructivo para el uso y control de los divisores de muestras (Anexo II)" (Uruguay. Ministerio de Ganadería Agricultura y Pesca, 2024).

5.5 Almacenamiento

Se deben almacenar las muestras en un lugar seco, limpio y con circulación de aire, durante el tiempo definido para su custodia.



SEGUNDA PARTE
REQUISITOS Y DIRECTRICES

Capítulo 6:
Métodos analíticos

Capítulo 6: Métodos analíticos

La aplicación de métodos analíticos estandarizados permite asegurar y sistematizar la operativa de los laboratorios. En caso de que no se utilicen los métodos analíticos de referencia, es necesario que los métodos alternativos empleados o cualquier modificación que se haga de los métodos de referencia sean controlados y comparados con los resultados obtenidos por los métodos de referencia. Los métodos analíticos se describen en los módulos correspondientes.

6.1 Expresión de resultados

Los resultados se deben expresar en porcentaje y se informarán en los certificados correspondientes.

Si fuera necesario redondear el valor de un resultado, el procedimiento se aplicará cumpliendo las siguientes pautas, tomando en consideración el valor del dígito siguiente a la cifra a redondear:

- De 1 a 4 se mantendrá la cifra precedente.
- 5 se redondea al par más cercano:
 - Si el decimal 5 sigue a una cifra impar, se redondea al alza.
 - Si el decimal 5 sigue a una cifra par, se redondea a la baja.
- De 6 a 9 se redondea a la cifra inmediata superior a la precedente.

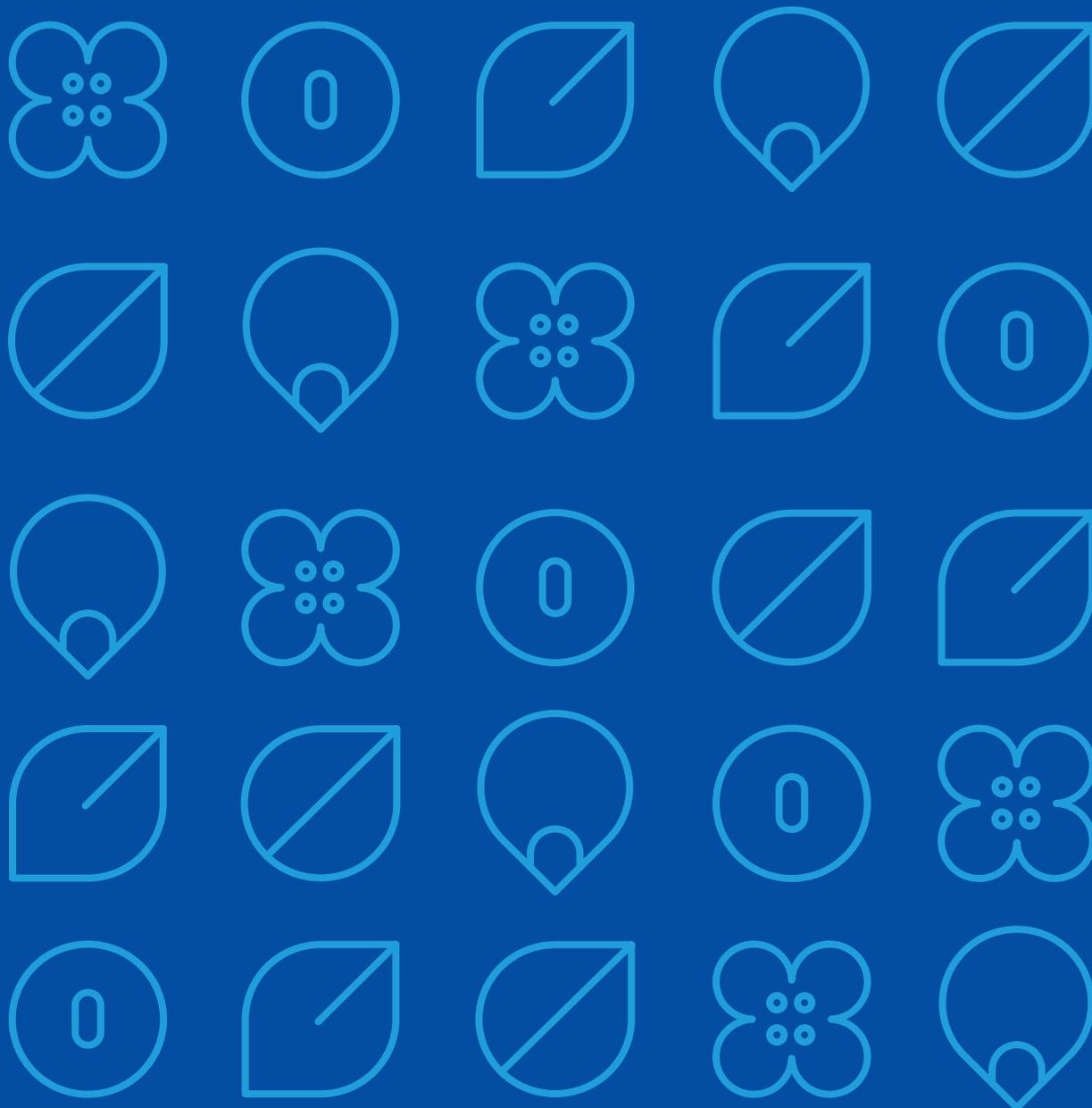
6.2 Estimación de la incertidumbre de medición

Para conocer los errores asociados a los ensayos realizados en un laboratorio es necesario estimar su incertidumbre. Para ello, se deben identificar y cuantificar todas las variables del proceso que pueden afectar los resultados obtenidos y los errores asociados a cada uno. La estimación de la incertidumbre consiste en combinarlos para obtener un intervalo de confianza donde se encuentra el “valor verdadero”.

6.3 Informe de ensayo

El informe de resultados debe reflejar exactamente los resultados en forma clara, objetiva y bien definida.

El informe debe llegar al cliente a través de medios informáticos o en formato papel, según el servicio que corresponda.



SEGUNDA PARTE
REQUISITOS Y DIRECTRICES

Capítulo 7:
Tratamiento de no
conformidades y quejas

Capítulo 7: Tratamiento de no conformidades y quejas

Las no conformidades cumplen un rol fundamental en el proceso de mejora continua, por lo que es responsabilidad de la dirección de la organización motivar al personal para que, cualquiera sea su posición jerárquica, informe sobre los incumplimientos o las desviaciones que ocurran durante cualquier etapa del proceso o actividad del laboratorio, para así poder aprender de ellas y mejorar, evitando que se transformen en incumplimientos o desviaciones recurrentes.

Cuando se detecte una no conformidad es importante actuar de forma rápida para mitigar las consecuencias, para ello, **el laboratorio debe contar con un procedimiento** que asegure que:

- Esté definido el personal responsable para la resolución de la no conformidad.
- Se determinen las acciones a implementar para corregir y eliminar la causa de la no conformidad, evitando así que vuelva a ocurrir y según sea necesario:
 - Se informe a quien corresponda y se anule o repita el trabajo.
 - Se suspendan los análisis y se retengan los informes, según corresponda, y se defina la autoridad para reanudar el trabajo.
 - Se identifiquen y recuperen los resultados de los ensayos no conformes ya liberados.
- Se evalúen las consecuencias y el impacto del trabajo no conforme y se decida sobre su aceptabilidad.
- Se determine la causa raíz del problema.
- Se registre cada no conformidad y las acciones asociadas para el seguimiento y control de su implantación y eficacia.

Se incluye en el Anexo 2 un ejemplo de diagrama de flujo.

Para el caso de las quejas, el laboratorio debe contar con un procedimiento que asegure que:

- Se reciba, evalúe (si es o no procedente), investigue y decida acerca de las acciones a tomar para dar la respuesta que corresponda.

- Se dé seguimiento a las quejas y sean registradas, así como las acciones tomadas.
- Se tomen las acciones apropiadas.

Cuando sea posible, el laboratorio debe acusar recibo de la queja y facilitar a quien la presenta los informes de progreso y del resultado de su tratamiento. Los resultados que se comuniquen a quien presenta la queja deben realizarse por, o revisarse y aprobarse por, personas no involucradas en las actividades de laboratorio que originaron la queja.

Siempre que sea posible, el laboratorio debe notificar formalmente a quien presenta la queja acerca del cierre del tratamiento de la queja.

El análisis de las causas que originan las no conformidades y las quejas es esencial para lograr acciones correctivas eficaces.

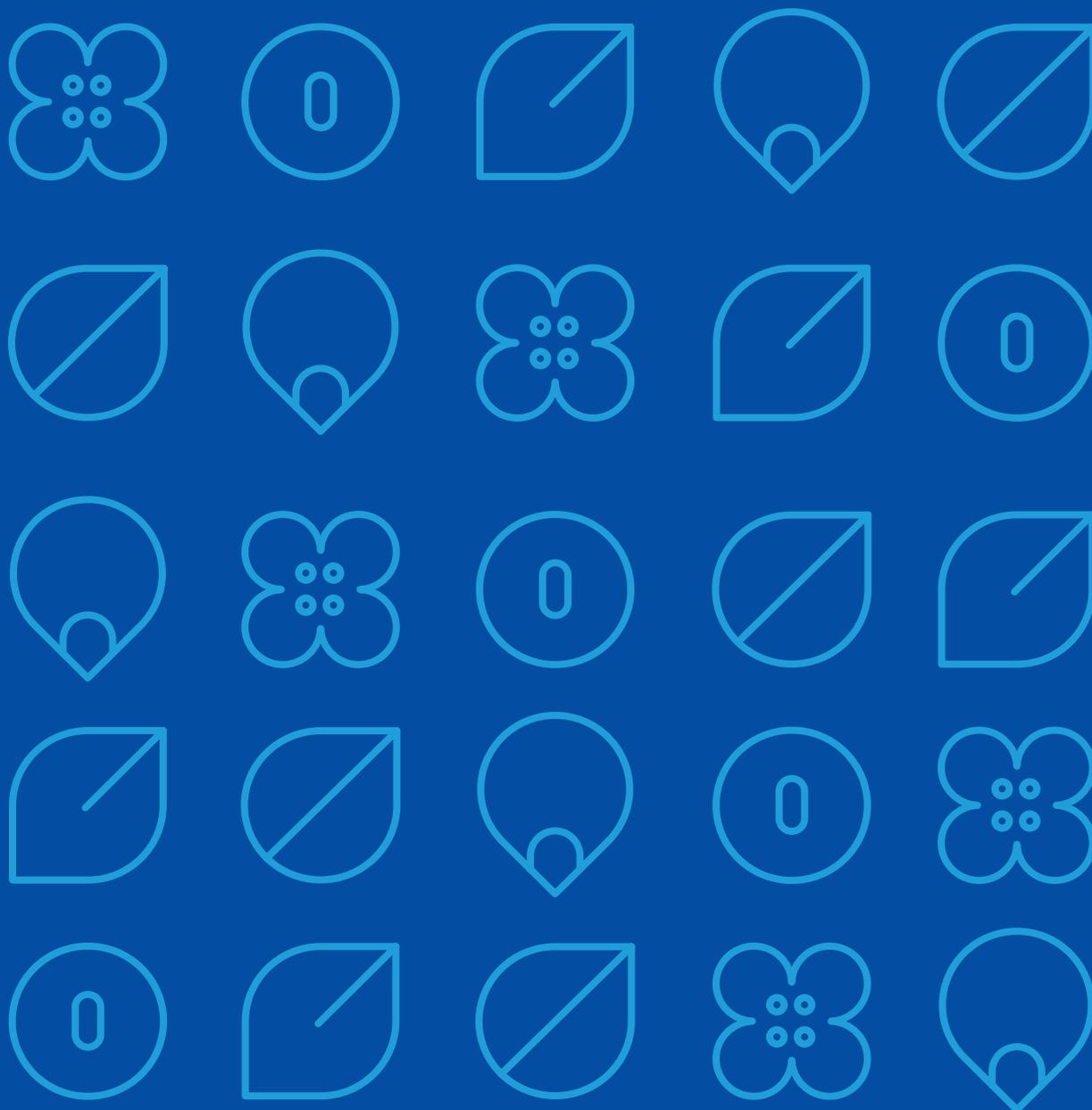
Existen distintas herramientas para realizar el análisis de causas, por ejemplo:

- Los 5 por qué (ver ejemplo en Anexo 8).
- Diagrama de Ishikawa o espina de pescado (ver ejemplo en Anexo 9).
- Diagrama de árbol.

Las acciones correctivas pueden incluir, entre otras:

- Capacitaciones.
- Cambios en procedimientos.
- Cambio en el equipamiento.

Una vez definida e implantada la acción correctiva, debe ser evaluada para determinar su efectividad, es decir, verificar que se haya resuelto la causa raíz que originó la no conformidad y se haya evitado su recurrencia.



SEGUNDA PARTE
REQUISITOS Y DIRECTRICES

Capítulo 8:
Aseguramiento y control
de la calidad de los ensayos

Capítulo 8: Aseguramiento y control de la calidad de los ensayos

Todos los requisitos, procedimientos y recomendaciones descriptos en este capítulo tienen como objetivo:

- Asegurar que se emitan resultados válidos, exactos y trazables metrológicamente.
- Identificar, analizar e implementar acciones para abordar riesgos y oportunidades, de manera de lograr la mejora continua en los procesos y prevenir efectos adversos para el laboratorio.
- Establecer requisitos mínimos y uniformizar criterios y procedimientos entre los diferentes laboratorios de la cadena correspondiente.

Las herramientas de aseguramiento de la calidad implementadas en cada laboratorio son requeridas para el control del riesgo analítico y para demostrar la validez de los resultados que se informan. Todos los ensayos que se realizan deben demostrar cumplimiento con los requisitos aquí definidos. Las excepciones deberán ser justificadas y autorizadas por el responsable del laboratorio.

A continuación, se desarrollan las actividades para sistematizar los métodos de ensayos, sus validaciones y habilitaciones y el aseguramiento de la calidad de los resultados obtenidos.

8.1 Método de ensayo

Es necesario utilizar métodos y procedimientos apropiados para todas las actividades que se realizan en el laboratorio y contar con la documentación disponible para el personal que las realiza.

8.2 Validación de los métodos de ensayo

Es necesario someter al método de ensayo a estudios de manera de demostrar su confiabilidad en emitir resultados exactos y reproducibles. Estos estudios se conocen internacionalmente como **validación** del método analítico.

Es importante que todos los métodos realizados en el laboratorio estén validados, de manera de poder demostrar competencia en la realización

de los procedimientos, cumplimiento con los requisitos analíticos y las reglamentaciones aplicables y asegurar la validez de los resultados.

La validación es el estudio donde se demuestra:

- Que la calidad de los resultados que se realizan en el laboratorio es adecuada al propósito previsto (aplicación en la que se prevé utilizarlos).
- Que las modificaciones que pudieron haberse realizado a un método normalizado no afectan su desempeño ni la confiabilidad de los resultados por este entregado.
- Que un método es equivalente a otro.

A continuación, se describen las actividades y las etapas habituales a considerar durante los estudios de validación:



Figura 2. Actividades a desarrollar para sistematizar la validación y la autorización para el uso de los métodos de ensayos.

En los casos en los que no sea posible cumplir los requisitos aquí definidos o no sean aplicables, será necesario utilizar la mejor opción disponible para asegurar la confianza del ensayo. Se deben mantener los registros asociados de la decisión tomada y su justificación por parte del responsable del laboratorio.

8.2.1 Procedimientos previos

Es necesario, antes de diseñar los estudios de validación o verificación:

- Definir y registrar claramente el método analítico utilizado (referencia completa y modificaciones realizadas), el equipamiento necesario, el alcance del método analítico (analito o propiedad de interés, el rango de medida, las matrices, los equipos).

- Definir claramente los requisitos analíticos, legales y de clientes a considerar para asegurar que el método sirve para el propósito previsto.
- Verificar que se dispone de los recursos necesarios:
 - Insumos materiales.
 - Personal responsable de realizar los análisis que se encuentre debidamente calificado.
- Verificar que el equipamiento utilizado para la validación se encuentre calibrado y controlado antes de su uso.
- Recolectar suficientes evidencias para asegurarse de que el método a validar o verificar se encuentra presumiblemente bajo control.

8.2.2 Diseño de la validación (plan de validación)

Para el diseño de la validación y en función del nivel de confianza requerido, los riesgos asumidos, la información y los recursos disponibles, se define lo siguiente:

- Los parámetros a determinar en la validación o verificación.
- Los estudios necesarios para determinar los parámetros de validación y su método de estimación, de manera de asegurar que sean representativos del posterior uso del método. Esto incluye el tipo de muestras, el personal y equipamiento involucrados, las condiciones ambientales asociadas y todos aquellos elementos que pudieran afectar al resultado del ensayo.
- Los criterios de conformidad a considerar para asegurar que cada parámetro cumple con los requisitos de validación especificados.

Dependiendo de la combinación de estos factores, se seleccionan y aplican los criterios de validación o verificación correspondientes descriptos para cada tipo de ensayo o verificación y la metodología prevista para su implementación queda documentada en un **plan de validación** (ver modelo en Anexo 10).

Los parámetros de validación a considerar para métodos cuantitativos incluyen, como mínimo: veracidad, precisión (repetibilidad, precisión intermedia, reproducibilidad) e incertidumbre. Pueden existir otros parámetros que sea necesario considerar por razones técnicas, por ejemplo, robustez, selectividad, especificidad, sensibilidad, modelo de ajuste, límite de detección, límite de cuantificación y la estabilidad del analito de interés.

Se requiere en todos los estudios de validación analizar detenidamente la necesidad de estudio de cada parámetro de validación involucrado, indicando si corresponde y las razones que llevan a esa conclusión.

Con relación a las muestras a utilizar en la validación o verificación, los estudios experimentales realizados deben ser representativos del posterior uso que se va a hacer del método. A modo de ejemplo, se deben seleccionar muestras de manera que se pueda tener suficiente información sobre:

- Las fuentes de variabilidad que posteriormente afectarán el proceso en el uso rutinario del método.
- Los niveles de analito o propiedad de interés para poder evaluar si la característica de calidad en estudio presenta alguna correlación con el nivel del analito o propiedad de interés. Si presenta esa correlación, es necesario realizar estudios independientes.
- La influencia de los instrumentos en el resultado de ensayo, debiéndose demostrar semejanza de comportamiento para poder estudiar en forma conjunta instrumentos diferentes.

8.2.3 Realización de los ensayos

Luego de aprobado el plan de validación, se deben realizar los estudios necesarios según lo allí definido y registrar esta información de manera clara, ordenada y segura, a fin de que en posteriores consultas sea posible la trazabilidad del trabajo realizado.

Es necesario, además:

- Dejar registro de los métodos de cálculo, de las estimaciones realizadas y de toda otra información que se considere importante para el desarrollo de la validación. Esta información incluye la complementaria, tal como la documentación externa que comprueba la trazabilidad metrológica de las mediciones.
- Asegurar la trazabilidad y coherencia entre los datos de validación y el control de calidad, de manera de posteriormente demostrar la coherencia entre estos procedimientos.
- Identificar las etapas críticas del método, que deben destacarse en el protocolo de ensayo o verificación con las precauciones que permitan evitar apartamiento del resultado respecto a los obtenidos en los estudios de validación correspondientes.

8.2.4 Evaluación del cumplimiento del método con las especificaciones analíticas y legales o los requisitos del proceso

Es necesario verificar el cumplimiento de las especificaciones analíticas del método o los requisitos del proceso. Este requisito implica evaluar si la incertidumbre obtenida o los parámetros estimados son adecuados para cumplir con los requisitos del método o el proceso.

Si no se logra cumplir con las especificaciones analíticas del método o del proceso, hay que estudiar las posibles causas que provocan ese apartamiento y tomar acciones para solucionarlas. Luego hay que realizar las modificaciones necesarias para cumplir con las especificaciones y volver a determinar los parámetros de la validación que corresponda. Si esto no es posible o pertinente, se debe establecer nuevos criterios analíticos de aceptación adecuados o descartar el uso del método analítico en estudio para el alcance establecido. Asimismo, es necesario justificar ante diferencias entre lo planificado y los estudios realizados.

8.2.5. Informe de validación

Luego de finalizada la validación o verificación de las mediciones, se recomienda realizar un informe detallado que permita la trazabilidad de toda la información necesaria (ver modelo en Anexo 11).

Este debe incluir, como mínimo:

- La especificación de los requisitos aplicables al servicio analítico (legales o del cliente).
- Los procedimientos utilizados durante la validación (referencia externa si se utiliza íntegramente o breve resumen de la metodología utilizada para la determinación de cada característica de calidad del ensayo).
- La determinación de los parámetros del método, incluyendo su método de cálculo.
- La verificación de que los requisitos pueden satisfacerse utilizando el método y los criterios de conformidad usados para realizar esta evaluación.
- Una declaración sobre la validez del método en estudio.

8.2.6 Aprobación

Luego de finalizada la validación (inicial, revisión o actualización), es necesario que el responsable del laboratorio verifique que el método es adecuado al uso y autorice que el método sea aplicado.

8.2.7 Revisión y actualización de la validación del método de ensayo

La validación es una evaluación del desempeño del método de ensayo en un período de tiempo determinado. Es por ello necesario realizar revisiones periódicas de la validación para verificar que se siguen satisfaciendo los requerimientos analíticos y legales y las necesidades del cliente a lo largo del tiempo en que se emiten resultados con ese método de ensayo.

Independientemente del período seleccionado, la validación del método siempre debe estar actualizada, demostrando concordancia con los parámetros de desempeño del método actuales del laboratorio. Esto debe ser considerado durante el diseño de aseguramiento de la calidad de la medición, de manera de asegurar el control de las fuentes de incertidumbre que pudieran afectarla.

Durante la revisión se deben reevaluar aquellos parámetros estudiados durante la validación inicial que se consideren necesarios y verificar nuevamente el cumplimiento de las especificaciones analíticas y del cliente. La naturaleza y la frecuencia de la revisión dependerán de la complejidad del método, el nivel de confianza requerido, la historia del método, la frecuencia de realización del ensayo y la calidad de los datos necesarios.

Cuando se perciban cambios significativos que puedan afectar la calidad de los resultados de ensayos es necesario realizar una actualización de la validación. Para ello hay que seleccionar y determinar nuevamente los parámetros a validar. Esto incluye aquellos parámetros que son fuente significativa de incertidumbre del método.

Algunos parámetros son evaluados de manera periódica con el control habitual del método. Los procedimientos habituales de control de calidad implican muchas veces un monitoreo de algunos parámetros de validación, como lo son, por ejemplo, los gráficos de control de precisión y valor medio del método o la participación en interlaboratorios para verificar la exactitud, que pueden ser utilizados para estos fines (ver ampliación en punto 8.3 del presente capítulo).

Situaciones en la que puede ser necesaria una revisión o actualización de la validación pueden ser, por ejemplo, cuando se revisa un método para incorporar mejoras ante cambios en la confirmación metrológica de equipos que afectan la exactitud de las mediciones, su trazabilidad o incertidumbre, ante diferencias entre versiones de normas, cuando se extiende o adapta un método a un nuevo analito o propiedad de interés, cuando se realizan cambios de equipamiento o cambios importantes de personal, cuando hay modificaciones de las condiciones ambientales que puedan influir en la validez de los resultados, si se obtienen resultados no conformes, cuando hay cambios en los requisitos analíticos o del cliente, o cambios en la documentación de referencia.

8.2.8 Incertidumbre

La incertidumbre de una medición es el intervalo en el cual es posible encontrar el resultado de un ensayo con una probabilidad definida y debe ser evaluada para cualquier tipo de medición que se realice.

Existen variadas metodologías para estimar la incertidumbre de los resultados de medición y es importante declarar de forma transparente como se estimó su valor, registrando las fuentes de información y criterios utilizados, los cálculos realizados y los resultados obtenidos. El grado de detalle con que se estima depende de varios factores, como el sentido común, la influencia de la incertidumbre en el resultado o el uso previsto (corresponde verificar que la incertidumbre sea adecuada al uso previsto verificando que se cumplan los requisitos analíticos, legales o del proceso).

Algunos lineamientos para proceder a realizar el cálculo de estimación de incertidumbre son:

- Si el método de ensayo incluye una guía para la estimación de la incertidumbre, se puede utilizar ese procedimiento.
- Si el método brinda un valor de incertidumbre típica de los resultados, se puede tomar ese valor si es posible demostrar el total cumplimiento con el método.
- Es necesario calcularla a partir de los datos de validación, de los datos de interlaboratorios o de materiales de referencia certificados.
- Cuando se perciban cambios en las fuentes de incertidumbre significativa, por ejemplo, cambios en la calibración de equipos o gráficos de control, hay que evaluar su impacto, tomar las acciones correctivas según correspondan y actualizar la validación.

8.3 Aseguramiento de la validez de los resultados

Para demostrar la validez de los resultados de ensayos del laboratorio, es necesario asegurar el nivel de confianza de los resultados por medio de los estudios de validación anteriormente descriptos y mediante un control de calidad, de manera de asegurar que los riesgos asociados son adecuados y están controlados.

El control de calidad tiene como objetivo el monitoreo y el control del ensayo. Para ello se utilizan el control interno y el externo como parte del aseguramiento de calidad de los resultados.

Existen variadas herramientas que se utilizan para el control del proceso, dependiendo de la metodología, el tipo de muestra control y el propósito del control. La más utilizada es el **gráfico de control**. Los gráficos de control son representaciones gráficas de resultados de ensayos y representaciones de criterios preestablecidos para el control del proceso llamados normalmente límites de control. Cuando no se cumple alguno de estos criterios, se considera que existen causas asignables que influyen en el proceso, las

cuales deben ser diagnosticadas y corregidas, lo que determina que se deben tomar las acciones (correctivas o preventivas) que correspondan para lograr el control nuevamente.

A continuación, se describen las actividades a desarrollar para el control y el aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayos.

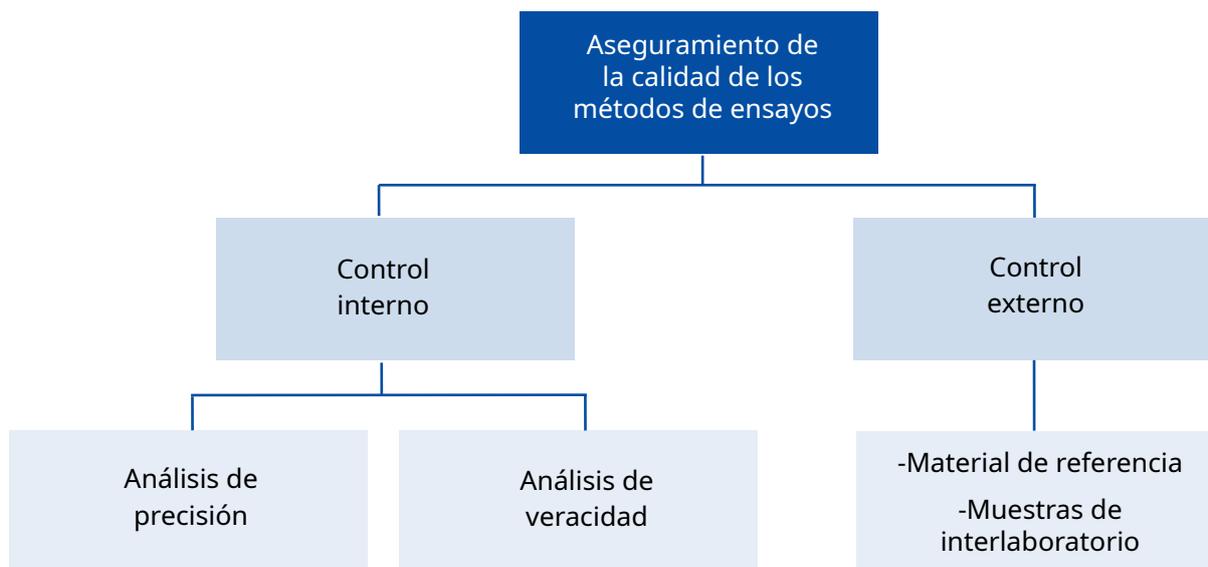


Figura 3. Herramientas para el control de los métodos de ensayo

8.3.1 Control de calidad interno

Para los procedimientos de ensayo se debe definir la metodología de control de calidad interno, los parámetros de control, el tipo de muestra a utilizar, la frecuencia de los controles, la herramienta a utilizar para su evaluación y las acciones a tomar en casos de incumplimiento.

Idealmente, se debe incluir el análisis de parámetros de precisión y de veracidad.

Se debe considerar el número de muestras del batch (grupo de ensayos realizados en condiciones de repetibilidad), el tiempo de análisis y la estabilidad de respuesta del método de medida para establecer la frecuencia de los controles. La frecuencia de control es un determinante del riesgo de errores en el método.

Siempre que sea posible obtener muestras homogéneas, estables y representativas del proceso a evaluar, se deben generar **muestras de control internas**.

8.3.1.1 Análisis de precisión

Para el análisis de precisión se deben seleccionar muestras representativas de análisis.

El número de réplicas a utilizar generalmente es dos y el control se realiza por gráficos de rangos según ISO 7870-2 (International Organization for Standardization, 2023).

Al construir los gráficos y establecer los límites de control se deben utilizar al menos 25 pares de resultados en condiciones de repetibilidad intermedia y cuyo rango de concentración o propiedad de interés presente equivalencias en el proceso. En los casos en que la norma de referencia del método o los estudios de validación establezcan diferentes condiciones de repetibilidad para diferentes rangos de concentraciones, es necesario realizar gráficos de control independientes.

El rango (R) entre dos resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad es el valor absoluto de la diferencia entre ambos resultados. Para los n pares de valores utilizados para calcular los límites, se determina el rango promedio (R_m) como la sumatoria de los rangos dividida entre la cantidad n de valores. El límite de control superior (LCS) se calcula multiplicando el rango promedio por $D_4 = 3,267$ para $n=2$. Se estima el límite de advertencia (LA) como dos tercios del LCS.

X1	X2	R	R_m	LCS	LA
		$ x_1 - x_2 $	\bar{R}	$R_m \times 3,267$	$LCS \times 2/3$

Gráfico de precisión

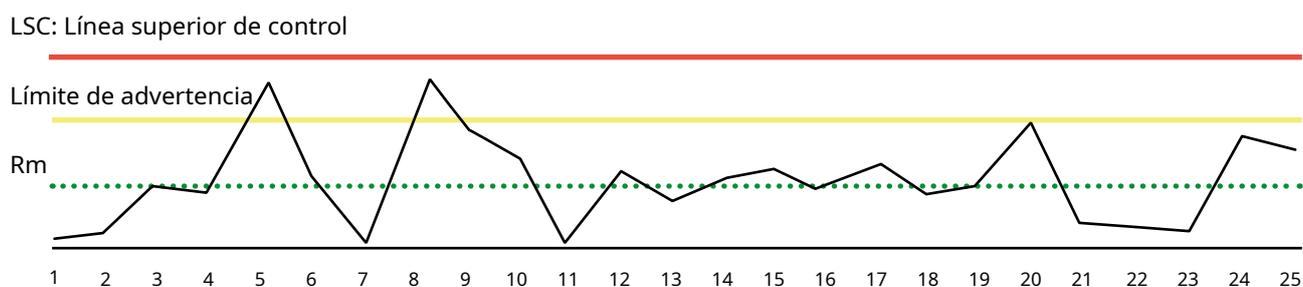


Gráfico 1. Modelo de gráfico de precisión

Seguimiento de los gráficos de precisión:

Al ingresar cada nuevo par de valores al gráfico correspondiente, hay que evaluar los resultados con los límites de control del proceso y actuar en acuerdo con lo establecido en punto 8.3.3 "Evaluación de resultados y acciones a tomar". En caso de detectarse no conformidades, es necesario informar al responsable del laboratorio y actuar conforme al Capítulo 7 "Tratamiento de no conformidades y quejas".

Los gráficos se deben evaluar continuamente y se debe definir un período de actualización de los límites por tiempo, número de datos ingresados o modificaciones en la distribución de datos. La frecuencia de actualización (por ejemplo, anualmente) se debe registrar en cada gráfico de control.

Cada vez que se modifiquen los límites de control, se debe evaluar la incertidumbre del método asociado.

8.3.1.2 Análisis de veracidad

Para el análisis de veracidad, se pueden seleccionar: muestras de control interno, muestras provenientes de ensayos de aptitud o materiales de referencia. Las muestras a utilizar deben cumplir condiciones de estabilidad y homogeneidad para el uso previsto.

En los casos de ensayos de propiedades no estables, el seguimiento de la veracidad se debe realizar por ensayos control de calidad externo.

Se debe utilizar gráficos de valor medio calculados por desvío estándar (σ). Al igual que en los gráficos de precisión, para los cálculos de límites se deben utilizar al menos 25 pares de valores, los cuales deben haber cumplido las condiciones de repetibilidad del método.

Al momento de generar una nueva muestra de control, se deben solapar las determinaciones con la nueva muestra en al menos ocho datos que cumplan con las condiciones de control de repetibilidad para ambas muestras y de valor medio para la muestra que finalizará su uso.

Seguimiento de los gráficos de valor medio:

Se aplican las reglas de Shewhart para la evaluación de tendencias. Para ello, se deben dividir los gráficos de valor medio en seis zonas iguales con la línea central igual al valor medio y los extremos iguales a los límites de control superior e inferior. En caso de que se cumpla alguno de los siguientes patrones de comportamiento o reglas de Shewhart, lo que nos estaría indicando es una posible falta de control estadístico del proceso:

- Quince puntos en la zona C alternados arriba y abajo.
- Ocho puntos consecutivos a ambos lados de la línea central y ninguno en la zona C.

- Nueve puntos consecutivos en la zona C o más allá, a un lado de la línea central.
- Seis puntos consecutivos siempre creciendo o decreciendo.
- Catorce puntos consecutivos alternados arriba y abajo.
- Cuatro de cinco puntos consecutivos en la zona B.
- Dos de tres puntos consecutivos en zona A, a un lado de la línea central.

Gráfico de valor medio

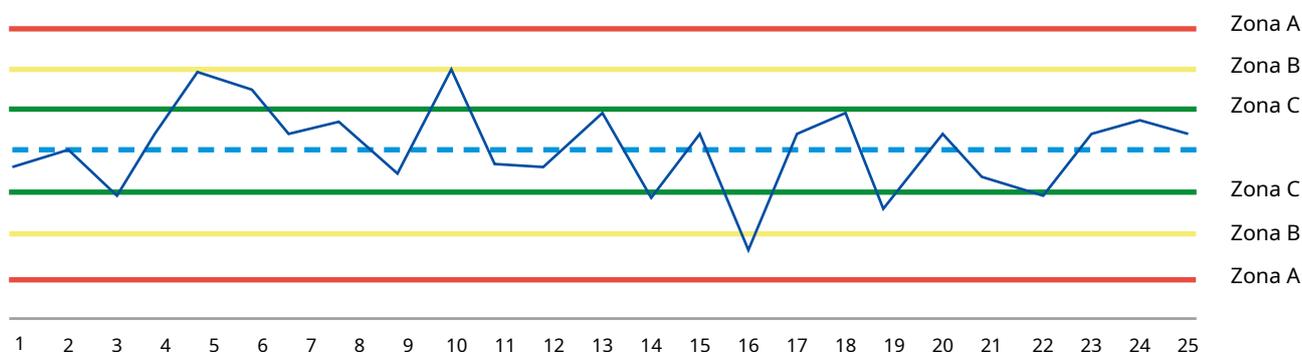


Gráfico 2. Modelo de gráfico de valor medio

Al ingresar cada nuevo valor al gráfico correspondiente, se evalúa el cumplimiento de los límites de control establecidos y las reglas de Shewhart que se detallaron anteriormente.

En casos de incumplimientos de límites de control o de alguna regla de Shewhart para evaluación de tendencia, hay que registrar el incumplimiento, analizar las causas y generar las acciones necesarias para corregir y evitar nuevas apariciones del trabajo no conforme (Capítulo 7).

Si se sospecha que la muestra de control ha sufrido una alteración en la propiedad o concentración y su estabilidad está en duda, una de las posibles acciones es analizar la muestra junto con una muestra con valor asignado e incertidumbre disponible para esa determinación.

El seguimiento de los resultados que se obtienen con muestras de valor conocido, por ejemplo, un material de referencia, se realiza utilizando el error normalizado (E_N):

$$E_N = \frac{(X - X_{ref})}{\sqrt{(U^2 + U_{ref}^2)}}$$

Donde X_{ref} y U_{ref} son el valor conocido y la incertidumbre asociada y X y U son el resultado del análisis realizado y la incertidumbre del método.

Se establece como criterio de conformidad que, el error normalizado debe ser menor o igual a uno.

Si $E_N > 1$, se debe revisar el método y estudiar la causa asignable.

8.3.2 Control de calidad externo

Gráficos Z-score:

Para el análisis de datos de control de calidad externo, generalmente ensayos de aptitud o Inter laboratorios, se puede utilizar el gráfico Z-score. Este tipo de gráfico se fundamenta en la estimación del parámetro Z, que es un indicador de la *performance* del laboratorio.

Se define el parámetro Z como:

$$Z = \frac{(X - X_{ref})}{\sigma}$$

Donde X es el resultado del ensayo, X_{ref} es el valor de referencia de la muestra analizada y σ el valor de la desviación estándar del ensayo de aptitud o interlaboratorio.

La evaluación de los resultados de la participación en el interlaboratorio, teniendo en cuenta que la principal suposición es que los valores individuales de Z-score de los laboratorios presentan una distribución normal $N(0,1)$, se realiza considerando los siguientes criterios:

Utilizar como criterio de evaluación de tendencias las reglas de Shewhart y como criterios para el análisis de datos anómalos los informados por el proveedor si esto se considera adecuado, o a modo genérico el siguiente:



Verde

Entre 2 y -2: implica que el valor del laboratorio es estadísticamente comparable con el valor asignado (por consenso o referencia), teniendo en cuenta los supuestos realizados en la evaluación.



Amarillo

Entre 2 y 3, y -2 y -3: significa un estado de alerta sobre el valor obtenido. Amerita un estudio de los resultados en el caso que esta situación se repita.



Rojo

Igual o superior a 3 e igual o inferior a -3: implica que el error en la medición es significativo y hay que estudiar las posibles fuentes de error para corregirlo.

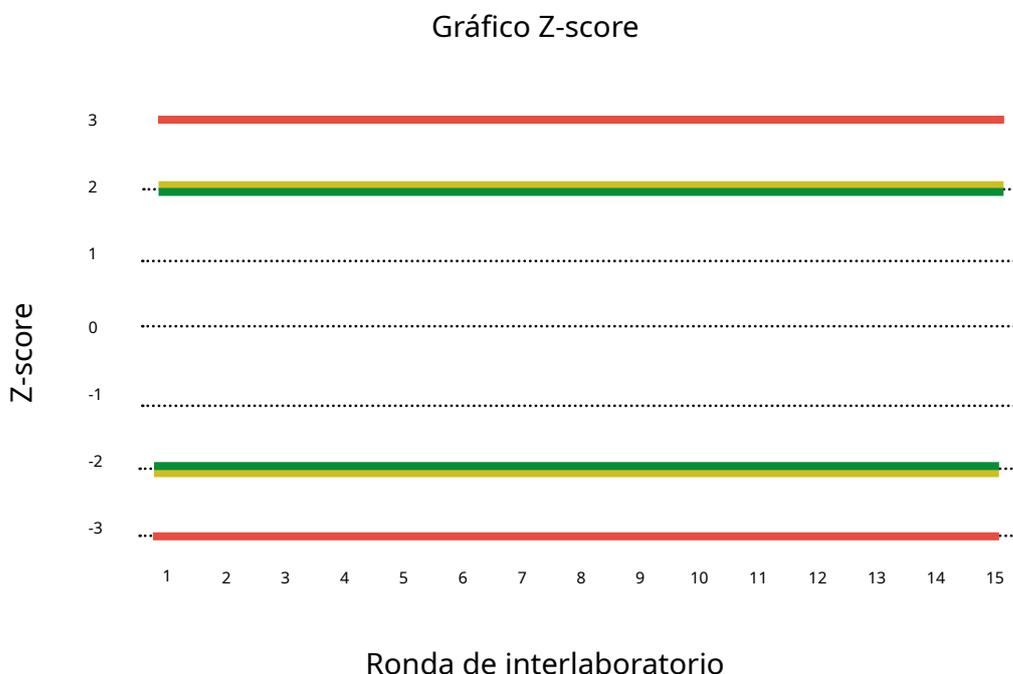


Gráfico 3. Modelo de gráfico Z-score

Ante un resultado cuestionable o fuera de control, se requiere un análisis de los resultados y la toma de acciones preventivas, si fuera necesario. Se debe dejar claro registro de los análisis y acciones tomadas, según el Capítulo 7 del presente manual.

Durante el análisis de los datos, hay que considerar la frecuencia de aparición de resultados fuera de control y cuestionables.

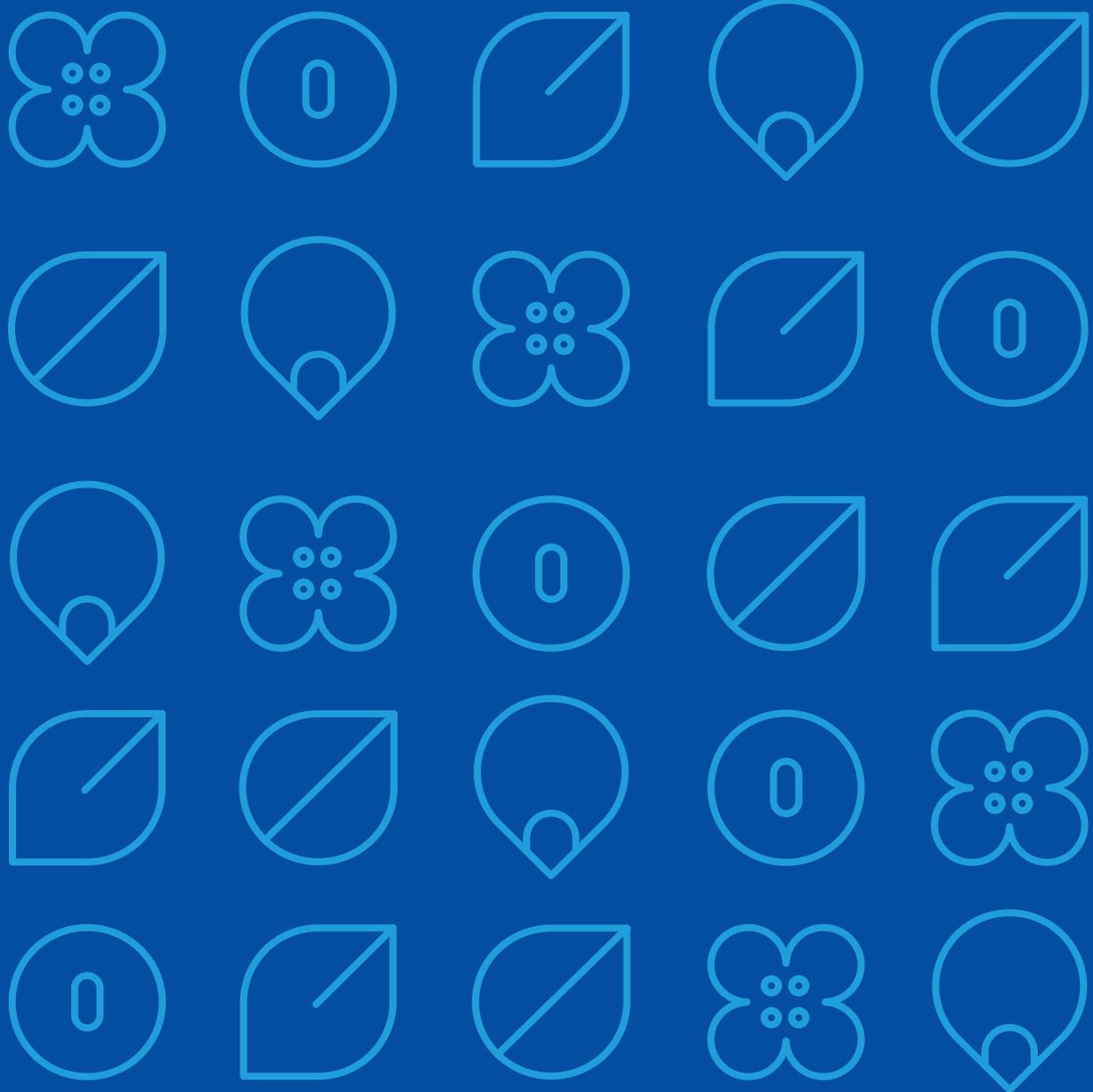
8.3.3 Evaluación de resultados y acciones a tomar

La evaluación del estado de control del proceso se realiza comparando los valores ordenados de las muestras con criterios preestablecidos identificados como límites de control y las reglas preventivas, si aplicaran. La interpretación del estado de control es dependiente de la naturaleza de estos criterios e, independientemente de su diseño, siempre que exista un punto fuera de los límites de control debemos considerar que existen evidencias significativas para considerar que el proceso se encuentra fuera de control y proceder de acuerdo con los procedimientos de trabajo no conforme (Capítulo 7). En esos casos, hay que investigar las causas que pudieron originar ese apartamiento y tomar aquellas correcciones y acciones para asegurarse de eliminar las causas asignables que llevaron a esa situación o justificar su aceptación.

Si los valores caen dentro de los límites de control, pero se evidencia falta de control estadístico debido a evidenciar patrones de comportamiento definidos en las reglas de Shewhart, hay que analizar cuidadosamente los datos considerados para detectar las causas asignables a este comportamiento en el proceso de ensayo y evaluar la necesidad de realizar acciones correctivas, preventivas o inmediatas (correcciones) para asegurar que las causas asignables sean eliminadas. Si es necesario, hay que volver a recolectar nuevas medidas hasta que no existan evidencias significativas de falta de control estadístico y volver a calcular los límites de control del gráfico hasta que no indique que el proceso está fuera de control estadístico.

Según el Capítulo 7 del presente manual, se deben registrar como no conformidad interna todos los casos no conformes de **control de calidad externo** detectados, incluyendo un análisis de impacto.

Se deben utilizar los resultados de la evaluación del control de calidad de los ensayos como fuente de información para la mejora del ensayo. Es necesario revisar a intervalos definidos los límites de control y su coherencia con los datos de validación e incertidumbre.



**Glosario y
Referencias
bibliográficas**

Glosario

Adecuado al uso para el propósito previsto: Conformidad con los parámetros técnicos del equipo, que permite cumplir con las especificaciones requeridos del ensayo (Laboratorio Tecnológico del Uruguay, 2021).

Ajuste: Conjunto de operaciones realizadas sobre un equipo de medida para que proporcione indicaciones prescritas, correspondientes a valores dados de la magnitud a medir (Joint Committee for Guides in Metrology, 2012, p.37).

Calibración: Es el proceso de comparar los valores obtenidos por un instrumento de medición con la medida correspondiente de un patrón de referencia (Joint Committee for Guides in Metrology, 2012, p.28).

Capacitación (adquisición de competencia): Proceso para alcanzar la competencia requerida (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2015, p.20).

Competencia: Capacidad para aplicar conocimientos y habilidades con el fin de lograr los resultados previstos (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2015, p.34).

Confirmación metrológica: Conjunto de operaciones necesarias para asegurarse de que el equipo de medición es conforme con los requisitos definidos para el uso previsto. Incluye generalmente calibración o verificación, cualquier ajuste necesario o reparación y posterior recalibración, comparación con los requisitos metrológicos para el uso previsto del equipo, así como cualquier sellado y etiquetado requerido (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2015, p.21).

Contramuestra: Es una muestra tomada del mismo lote y en las mismas condiciones que la muestra a ser analizada, pero que no se procesa, se guarda bajo condiciones que preserven sus propiedades (Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, 2007).

Corrección y acción correctiva: Una corrección es una acción para eliminar una no conformidad detectada, mientras que una acción correctiva es una acción para eliminar la causa de una no conformidad y evitar que vuelva a ocurrir (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2015).

Ensayo o análisis: Grupo de operaciones que tienen como objetivo determinar el valor de una cantidad o definir una cualidad. Un ensayo o análisis queda definido considerando las siguientes características:

- Los intervalos o capacidades de ensayo.
- Matriz o familia de matrices a ensayar.
- Parámetro a determinar.
- Técnica o método de medida.

Entrenamiento: Preparación del personal para el desempeño y el perfeccionamiento en sus tareas, realizada en el propio lugar de trabajo y a cargo de un integrante del laboratorio preparado para ello (Laboratorio Tecnológico del Uruguay, 2021).

Equipos de medición: Instrumento de medición, software, patrón de medición, material de referencia o equipos auxiliares o combinación de ellos necesarios para determinar el valor de una magnitud (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2015, p.36).

Error de medida: Diferencia entre un valor medido y un valor de referencia.

Estabilidad: Habilidad de un material de referencia, cuando se lo almacena en condiciones determinadas, para mantener estable la propiedad de interés dentro de límites específicos y por un período de tiempo definido.

Gráfico de control: Gráfico con límite superior o inferior en el cual los resultados de alguna medición provenientes de una serie de muestras son graficados generalmente en función del tiempo o número de muestra. Son representaciones gráficas de los valores de una característica de un resultado de un proceso, que permite identificar la aparición de causas de variabilidad externas a este.

Habilitación: Declaración de que un trabajador es competente (Laboratorio Tecnológico del Uruguay, 2021).

Homogeneidad: Condición de ser uniforme en su estructura o composición con respecto a una o más propiedades específicas. Un material de referencia se dice homogéneo con respecto a una propiedad específica si la propiedad de interés se encuentra dentro de los límites de su incertidumbre.

Límite de control: Son criterios para indicar la necesidad de acciones correctivas o correcciones y para juzgar si los datos están o no bajo control estadístico. Los gráficos de control presentan dos límites de control estadístico, llamados límite superior de control (LSC) y límite inferior de control (LIC). Siempre que exista uno o más puntos fuera de los límites de control se debe considerar que existen evidencias significativas para considerar que posiblemente exista falta de control estadístico.

Mantenimiento: Combinación de todas las acciones técnicas y de gestión (incluidas actividades de supervisión) destinadas a mantener o restaurar

un elemento a un estado en el que se desempeña según lo requerido (International Electrotechnical Commission, 2015, 192-06-01).

Mantenimiento correctivo: Mantenimiento llevado a cabo después de la detección de fallas para efectuar la restauración (International Electrotechnical Commission, 2015, 192-06-06).

Mantenimiento de la competencia: Verificación en el tiempo de la competencia del personal para la realización de las actividades del laboratorio (Laboratorio Tecnológico del Uruguay, 2021).

Mantenimiento preventivo: Mantenimiento llevado a cabo para mitigar la degradación y reducir la probabilidad de falla (International Electrotechnical Commission, 2015, 192-06-05).

Método de referencia: Método internacionalmente reconocido. Método de medida aceptado como proveedor de resultados de medida adecuados para determinar exactitud de valores obtenidos por otros métodos que miden cantidades de la misma naturaleza o para caracterizar materiales de referencia. Un proceso está bajo control cuando su variabilidad se debe solo a causas aleatorias, dando resultados estables y predecibles.

Método normalizado: Método analítico desarrollado por un organismo de normalización u otro organismo internacionalmente reconocido y legitimado por el sector técnico correspondiente.

Muestra: Es una porción representativa de todas las caladas y extracciones tomadas del lote. (Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, 2007)

Muestras de referencia elaboradas internamente: Son aquellas muestras que, independientemente de su procedencia, el laboratorio decide que son adecuadas para su uso con base en estudios realizados bajo su responsabilidad. Ejemplos: muestras de control interno, muestras enriquecidas.

Muestras enriquecidas: Son aquellas muestras de ensayo a las que se les ha agregado una cantidad conocida de analito.

Muestra final o lacrada: Es una porción representativa de la muestra o de la muestra compuesta, sobre la cual se efectuarán los análisis de calidad correspondientes (Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, 2007).

No conformidad (NC): Es un incumplimiento o desviación de cualquier requisito establecido, ya sea legal, normativo, interno de la organización o acordado con los clientes u otras partes interesadas (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2015).

Parámetros de desempeño del método: Son las propiedades, características o capacidades cuantificables del método que indican su grado de calidad (por ejemplo: exactitud, precisión, veracidad, rango de trabajo, etcétera).

Proceso bajo control: Proceso en el cual los resultados provenientes de alguna medición se encuentran bajo control estadístico.

Producto no conforme: Producto, servicio o salida de un proceso que no cumple con los requerimientos o características definidos.

Queja: Expresión de insatisfacción hecha a una organización con respecto a sus productos o al propio proceso de tratamiento de las quejas, donde se espera una respuesta o resolución explícita o implícita.

Reglas de Shewhart: Son reglas prácticas que muestran en forma resumida patrones de comportamiento que indican posible falta de control estadístico del proceso. Los resultados, si bien se encuentran dentro de los límites del gráfico de control, presentan un patrón de comportamiento no aleatorio.

Responsable del laboratorio: El responsable del laboratorio es la persona encargada de identificar las necesidades de capacitación y entrenamiento del personal para la ejecución de las tareas, así como de asegurarse que se realice el mantenimiento de aptitud del personal estable (Laboratorio Tecnológico del Uruguay, 2021).

Resultado de medida: El resultado de una medición se expresa generalmente como un valor medido único y una incertidumbre de medida. Si la incertidumbre de medida se considera despreciable para un determinado fin, el resultado de medida puede expresarse como un único valor medido de la magnitud. En muchos campos esta es la forma habitual de expresar el resultado de medida.

Validación: Confirmación, mediante la aportación de evidencia objetiva, de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2015, p.31).

Verificación: Confirmación, mediante la aportación de evidencia objetiva, de que se han cumplido los requisitos especificados (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2015, p.31).

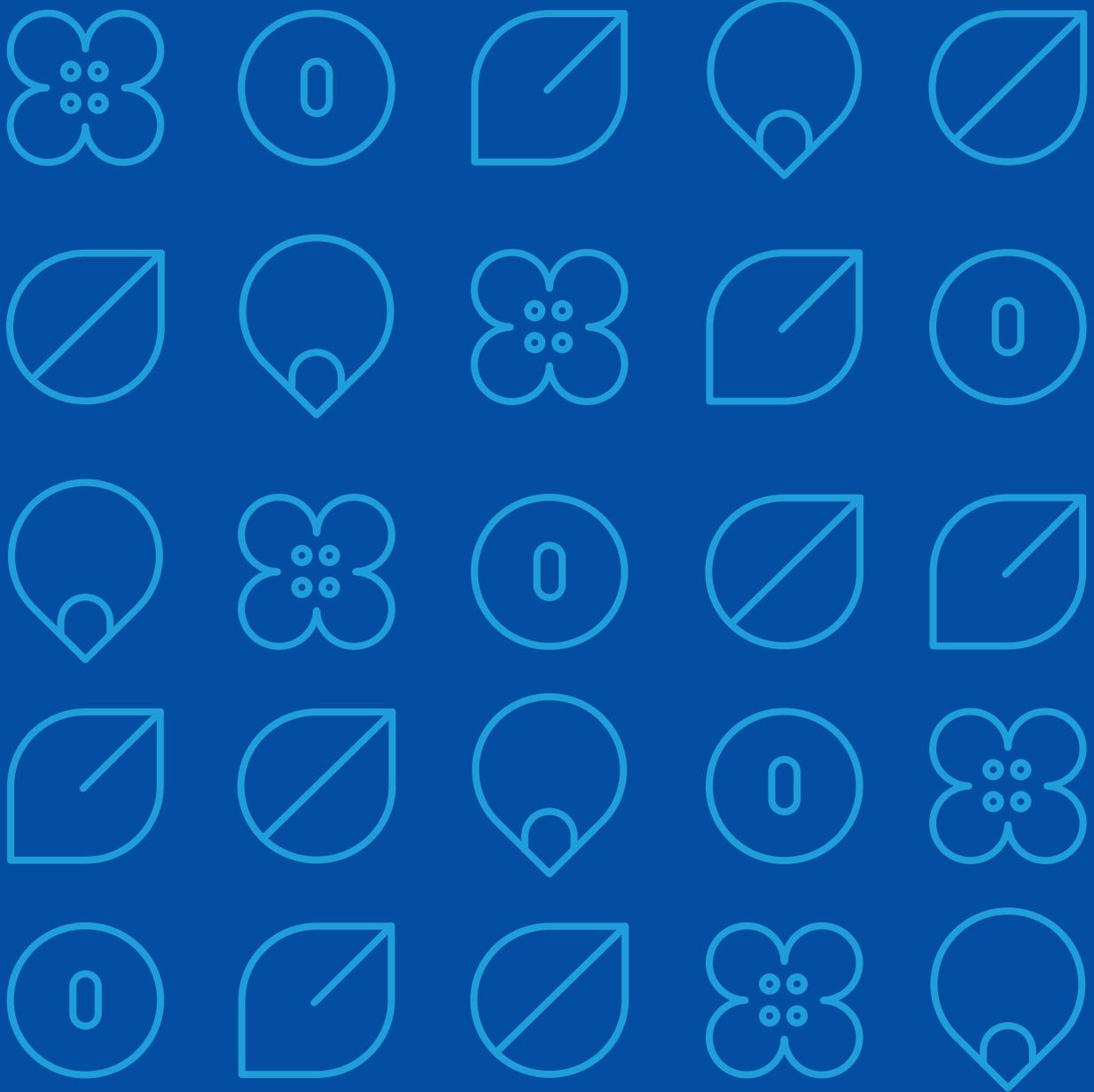
Referencias bibliográficas

- American Oil Chemists Society, 2024a. *Official methods and recommended practices of the AOCS* [En línea]. 8a ed. Urbana: AOCS. AOCS Official Method Ac 2-41. [Consulta: 06 de febrero de 2025]. Disponible en: <https://library.aocs.org/>
- American Oil Chemists Society, 2024b. *Official methods and recommended practices of the AOCS* [En línea]. 8a ed. Urbana: AOCS. AOCS Official Method Ac 3-44. [Consulta: 06 de febrero de 2025]. Disponible en: <https://library.aocs.org/>
- American Oil Chemists Society, 2024c. *Official methods and recommended practices of the AOCS* [En línea]. 8a ed. Urbana: AOCS. AOCS Official Method Aa 4-38. [Consulta: 06 de febrero de 2025]. Disponible en: <https://library.aocs.org/>
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, 2007. *Instrução Normativa SDA/MAPA 11/2007*. Brasília: MAPA.
- Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2015. UNIT-ISO 9000: *Sistemas de gestión de calidad – Fundamentos y vocabulario*. Montevideo: UNIT.
- International Electrotechnical Commission, 2015. *Electropedia, IEC 192-06: International electrotechnical vocabulary – Dependability – Maintenance and maintenance support related concepts* [En línea]. Ginebra: IEC. [Consulta: 22 de abril 2022]. Disponible en: <https://www.electropedia.org/>
- International Organization for Standardization, 2017. ISO/IEC 17025: *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*. Ginebra: ISO
- International Organization for Standardization, 2023. ISO 7870-2: *Control charts — Part 2: Shewhart control charts*. Ginebra: ISO.
- Joint Committee for Guides in Metrology, 2012. JCGM 200: *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)*. 3a ed. París: JCGM.

Laboratorio Tecnológico del Uruguay, 2021. MAN.GAC.001: *Manual de aseguramiento de la calidad de ensayos, calibraciones, verificaciones, muestreos medioambientales e inspecciones*. Montevideo: LATU. (Documento interno).

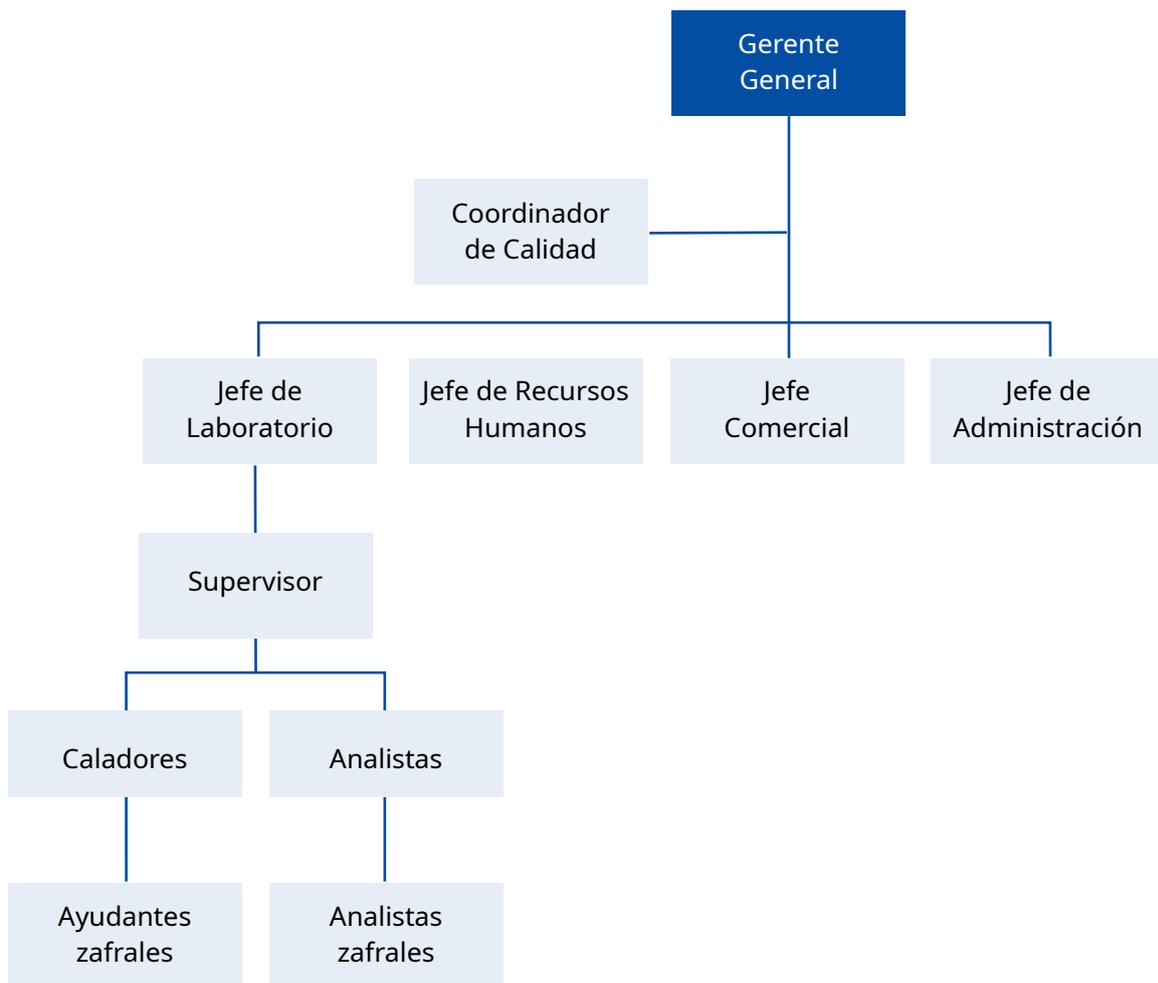
United States. National Institute of Standards and Technology, s.d. *Official U.S. time* [En línea]. s.l.: NIST. [Consulta: 22 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.time.gov/>

Uruguay. Ministerio de Ganadería Agricultura y Pesca, 2024. *Resolución n° 388/024 Aprobación de los siguientes procedimientos operativos e instructivos* [En línea]. Montevideo: MGAP. [Consulta: 11 de febrero de 2025]. Disponible en: <https://www.gub.uy/ministerio-ganaderia-agricultura-pesca/institucional/normativa/resolucion-n-388024-aprobacion-siguientes-procedimientos-operativos>

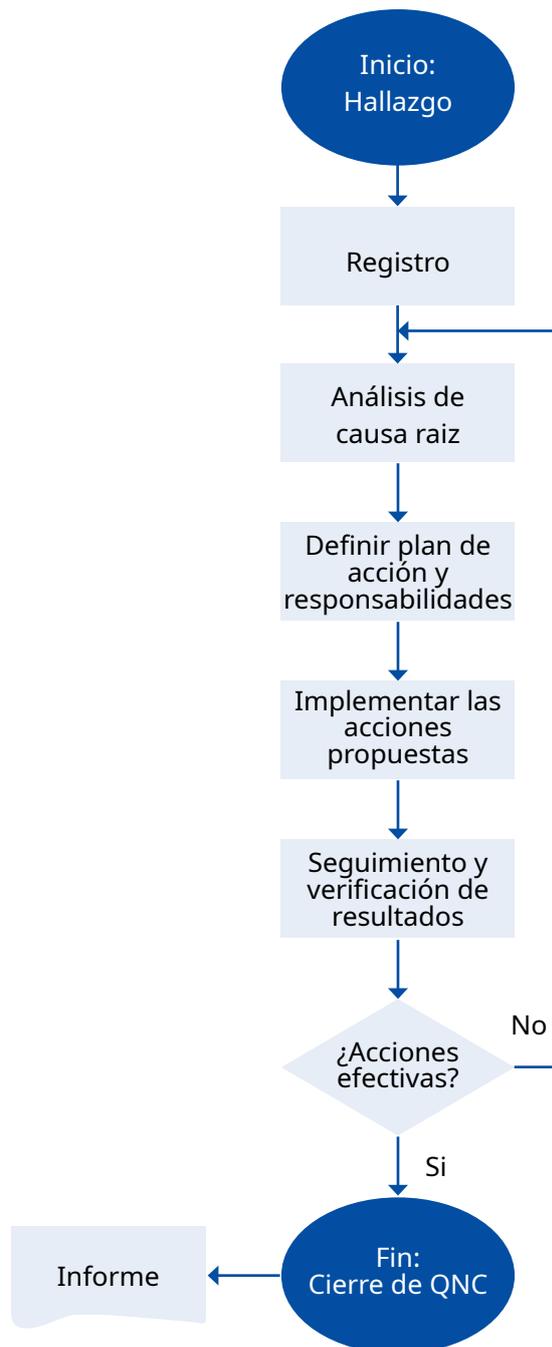


Anexos

Anexo 1: Ejemplo de organigrama



Anexo 2: Modelo de diagrama de flujo para el tratamiento de no conformidades y quejas



Anexo 3: Modelo de registro de capacitación

REGISTRO DE CAPACITACIÓN						REG. XXX	
AÑO:						Versión XXX del XX/XX/XX	
						Aprobado por: XXX	
Nombre	Puesto de trabajo	Necesidades formativas	Denominación del curso / formación/ capacitación	Entidad formadora	Fecha efectiva de realización	Duración	Evaluación de la capacitación

Anexo 4: Modelo de plan de entrenamiento

MODELO DE PLAN DE ENTRENAMIENTO				
Nombre:			Período:	
Ensayo, protocolo, documento o actividad	Fecha	Responsable de entrenamiento	Método de entrenamiento	Observaciones
Aprobación:			Fecha:	

Anexo 5: Modelo de registro de entrenamiento y habilitación

MODELO DE REGISTRO DE ENTRENAMIENTO Y HABILITACIÓN				
Registro de entrenamiento ETAPA A/FECHA	Registro de entrenamiento ETAPA B/FECHA	Habilitación FECHA Firma del responsable y del habilitado	Trazabilidad a registros donde se realizó la actividad	Observaciones
Firma de entrenador:			Fecha:	
Firma del entrenado:			Fecha:	

Anexo 6: Modelo de registro de adecuación al uso de equipamiento

REGISTRO DE EQUIPAMIENTO Adecuación al uso	REG. XXXX
	Versión: XX del XX/XX/XX
	Aprobado por: XXXXX
Adecuación al uso vigente desde ____/____ hasta ____/____	

DATOS DEL EQUIPO DE MEDICIÓN		DATOS DEL ENSAYO			¿CUMPLE ADECUACIÓN? (U equipo ≤ Tol/3) (Rubricar)	
Nombre/ identificación del equipo	Especificación (U equipo, n°inf. ensayo, fecha)	Ensayo/ documento	Tolerancia (Tol) en la medida	Requisito para el equipo (Tol/3)	SÍ	NO

Anexo 7: Ejemplos de adecuación al uso

7.a Adecuación al uso de balanzas

Es recomendable establecer una frecuencia de calibración anual para las balanzas. En caso de que el período sea mayor, se debe tener datos suficientes que lo justifiquen.

El control de balanzas se debe realizar a través de la verificación con pesa externa y un mecanismo de control de calidad adecuado.

Dependiendo del uso, las balanzas deben verificarse con una frecuencia diaria, semanal o previa al uso cuando este es esporádico.

En el caso de balanzas de ajuste frecuente, como por ejemplo las balanzas analíticas que poseen la tecla “cal”, con la cual el usuario puede ajustar la linealidad de la balanza, se la verifica antes de usar, se la ajusta para dejarla en condiciones de calibración y se verifica luego del ajuste. Se deja registro de los valores obtenidos antes y después del ajuste. El control de tolerancias se realiza con el valor luego del ajuste.

Antes de colocar una pesa o realizar cualquier pesada en una balanza es recomendable limpiar la superficie del plato y alrededores con un cepillo de cerdas suaves de forma de asegurar que no haya suciedad que pueda interferir con las medidas o el buen funcionamiento de la balanza.

La selección de las pesas para la verificación de balanzas depende del tipo de escala de la balanza, el valor de la pesada y la incertidumbre necesaria.

Las balanzas se verifican con una pesa cuyo valor nominal se encuentre entre la mitad y el fondo de escala en el rango de uso.

En los casos en que la pesada es menor al 5% del rango de uso y la incertidumbre requerida para la pesada es menor a 5 divisiones de la escala utilizada, es necesario verificar la balanza con una pesa de valor nominal inferior al 10 % de la escala referida. Estas pesas de control se utilizan para controlar un posible microrrozamiento en cargas bajas, por lo que no es necesario utilizarlas si la pesada se realiza con tara, ya que la fuerza que ejerce la tara elimina la posibilidad del microrrozamiento.

Por ejemplo:

Verificación de balanza analítica de rango (0-200) g para realizar una pesada de 9,000 g con una incertidumbre $\leq 0,0005$ g	
Opción 1	Opción 2
Verificar balanza con pesa ≤ 20 g	Tarar un recipiente de masa ≥ 10 g y pesar encima de este

Con relación a la incertidumbre a utilizar, en el caso de que la pesada se realice con tara será:

$$U = U_0 + B \cdot L$$

Para pesadas correlacionadas y excentricidad de la balanza menor o igual a 3 divisiones:	$L = (\text{carga de tara} + \text{masa a pesar}) - \text{carga de tara}$ Por ejemplo, en caso de que la tara sea de 100 g y luego coloco una masa de 1 g: $L = 1 + 100 - 100 = 1$ g
Si no se cumple la condición anterior:	Realizar la pesada sin retirar el recipiente del platillo de pesaje, colocando la muestra directamente en la balanza. En el caso de que el recipiente de tara sea muy grande (mayor al 50% de la capacidad máxima de la balanza), utilizar un papel para pesar la muestra y luego trasvasarla el recipiente.
Si no es posible aplicar ninguna de las opciones anteriores:	Estimar incertidumbre utilizando $L = \text{tara} + \text{carga}$.

Las pesas a utilizar se deben seleccionar en base a los siguientes criterios:

Para el ajuste de las balanzas	Para el control de las balanzas
Se deben de seleccionar de tal forma que el error máximo tolerado de la clase de la pesa sea menor o igual a la división de la balanza, con la excepción de las pesas utilizadas para balanzas analíticas (división 0,1 mg), para las cuales se deberán utilizar pesas clase E2 o mejores.	Se deben seleccionar de forma tal que la incertidumbre de la pesa sea igual o inferior a la división de la balanza.

En los certificados de calibración de balanzas se informa el error en la lectura y la incertidumbre, por lo general mediante la utilización de una ecuación de una recta, por lo que, para saber los valores de error e incertidumbre en un punto, se debe colocar la masa en las ecuaciones correspondientes. En el

caso de utilizar la balanza sin realizar la corrección del error, se debe tomar como valor de incertidumbre la suma lineal del valor absoluto del error en el punto, más la incertidumbre en el punto.

Por ejemplo, si quiero determinar el valor de incertidumbre en 100 g y en el certificado informan:

$$\text{Error (E)} = a_0 + a_1 * L$$

$$\text{Incertidumbre (U)} = U_0 + B * L$$

a) Si realizo corrección de la lectura, debo calcular el error como: $E = a_0 + a_1 * 100$ y la incertidumbre como $U = U_0 + B * 100$.

Por lo que la carga correspondiente es:

$$\text{Carga} = \text{Lectura} - E = 100 - (a_0 + a_1 * 100)$$

Con una incertidumbre asociada de:

$$U = U_0 + B * 100$$

b) Si no realizo corrección de la lectura, la incertidumbre debe incluir el valor del error, por lo que la carga correspondiente es:

$$\text{Carga} = \text{Lectura}$$

Con una incertidumbre asociada de:

$$U' = U + |E| = U_0 + B * 100 + |(a_0 + a_1 * 100)|$$

Para el control de la balanza se sugiere un gráfico de control donde los límites estén dados por la suma cuadrática de la incertidumbre de calibración de la pesa y la balanza si se cumple con la política de control de calidad del ensayo o calibración en su totalidad.

$$\text{Tol} = \sqrt{U^2_{\text{balanza}} + U^2_{\text{pesa}}}$$

Modelos de registro para la verificación de balanzas:

REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE BALANZAS	REG. XXXX
	Versión: XX del XX/XX/XX
	Aprobado por: XXXXX

Balanza		Modelo		Mes		Año	
N°							
Pesa (g)	P	Tolerancia (g)	±T				

(g)

P+T																				
P																				
P-T																				
Día																				
Firma																				

REGISTRO DE VERIFICACIÓN DE BALANZAS	REG. XXXX
	Versión: XX del XX/XX/XX
	Aprobado por: XXXXX

Balanza		Modelo	
Pesa (g)		Masa (g)	
		Límite inferior (g)	
			Límite superior (g)

Válido hasta	
---------------------	--

Fecha	Analista	Masa (g)	¿Cumple?	Observaciones

7.b Ejemplo de adecuación al uso de estufas

Es necesario calificar los equipos térmicos para conocer cómo es el comportamiento de la distribución de temperatura.

El *display* del equipo puede indicar un valor, por ejemplo 130 °C, pero eso no quiere decir que la temperatura dentro del equipo sea ese valor o que la distribución sea homogénea. Por eso debemos estudiar que la distribución de la temperatura en el interior de la estufa cumpla con los requisitos de análisis y según lo defina el usuario. Se recomienda realizar una calificación de desempeño en función de las condiciones habituales de uso: con carga, a las temperaturas de uso, con convección forzada (ventilador), registro del aire y posición de las bandejas.

Por ejemplo, para aplicar los métodos analíticos descritos en el Capítulo 6 del presente manual, debemos disponer de una estufa con calificación de desempeño que asegure el cumplimiento de los requisitos técnicos de los

métodos AOCS Ac 2-41 "Moisture and Volatile Matter in Soybeans" (American Oil Chemists Society, 2024a) y AOCS Ac 3-44 "Oil in Soybean" (American Oil Chemists Society, 2024b).

A continuación, considerando el criterio $130 \pm 2^\circ\text{C}$, que es el más exigente de los métodos anteriormente mencionados, adjuntamos un ejemplo donde sí se cumple el criterio de aceptación (gráfico 1) y uno donde no (gráfico 2).

En este caso, la tolerancia es de 2°C , por lo tanto, la incertidumbre (U_{ex}) de los sensores que se utilizan para calificar este equipo debe ser menor a $0,67^\circ\text{C}$.

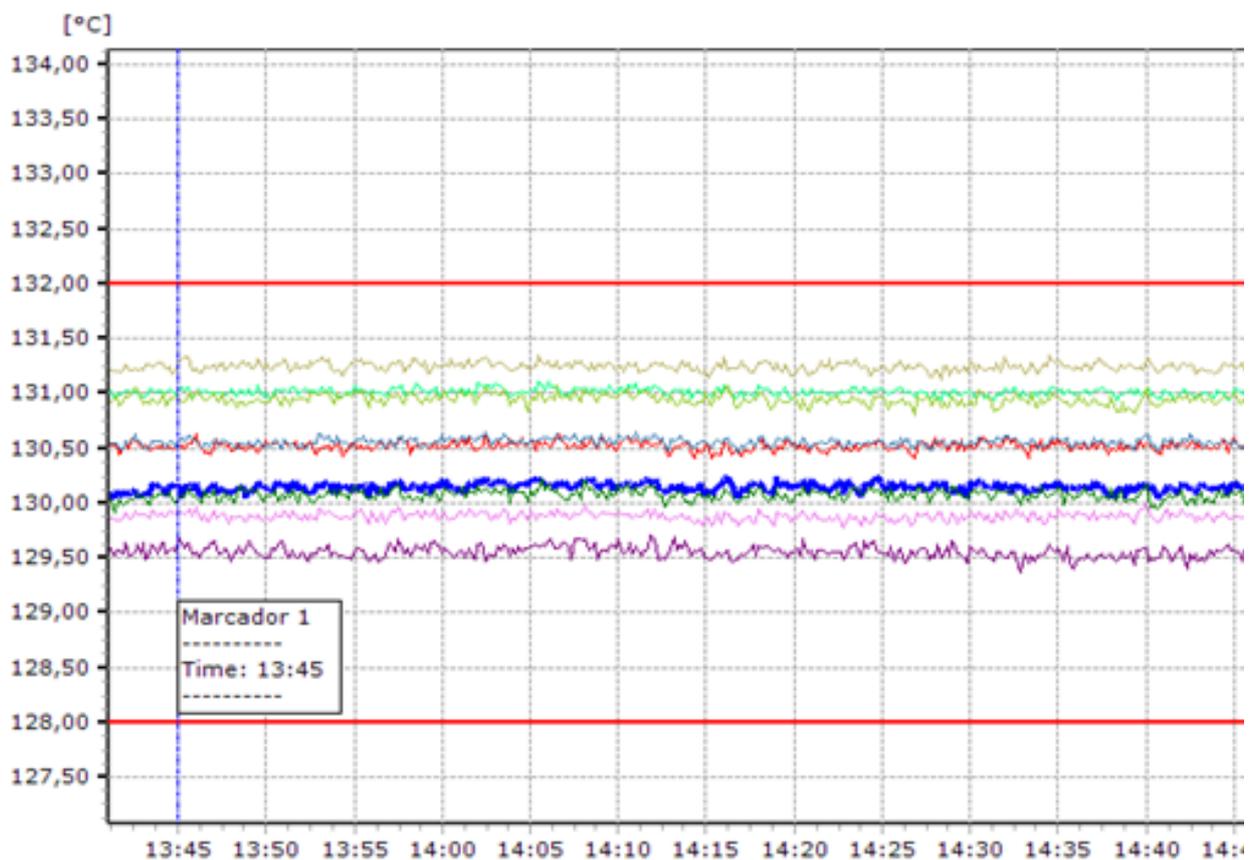


Gráfico 1. Cumple criterio (130 ± 2) $^\circ\text{C}$ en todo el interior de la estufa

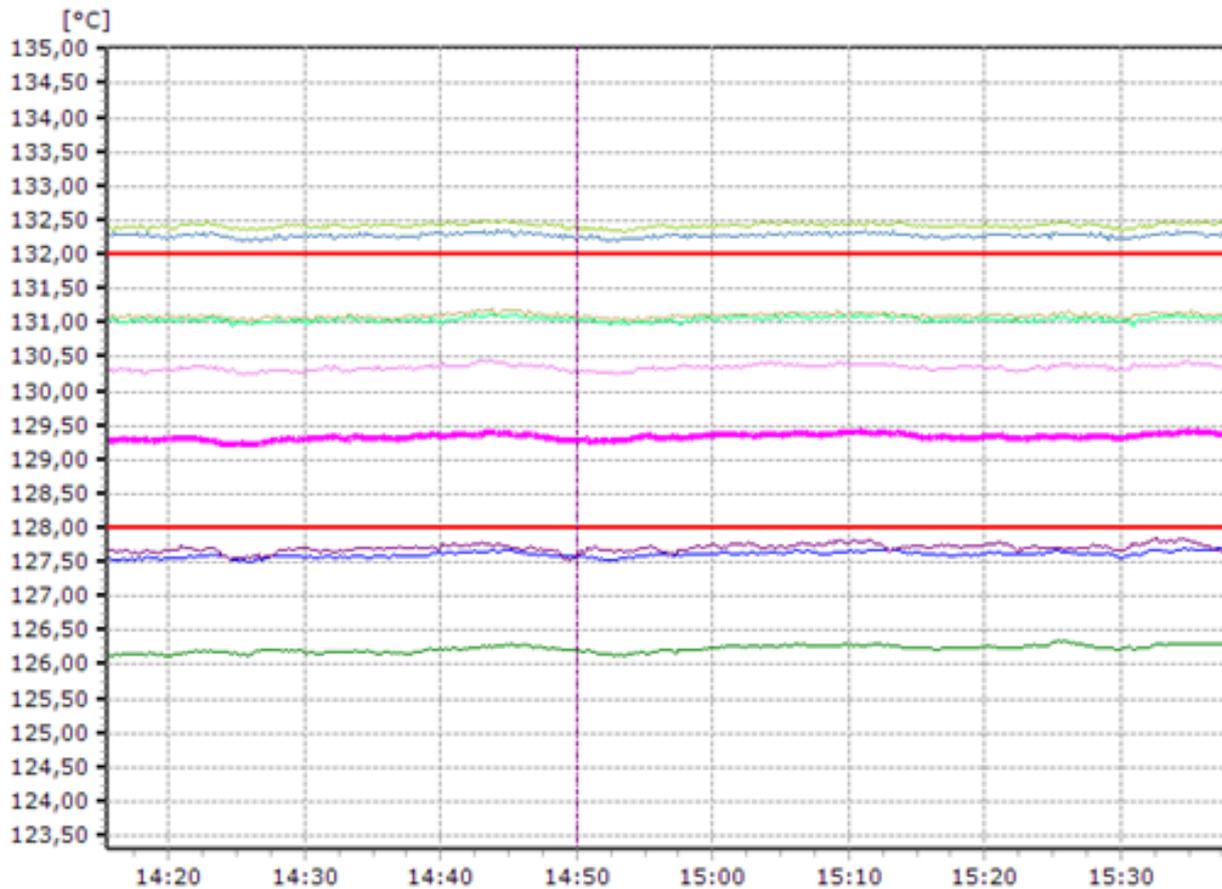


Gráfico 2. No cumple criterio $(130 \pm 2)^\circ\text{C}$ en las zonas por fuera de los límites establecidos

Tener calificado nuestro equipo en las condiciones de uso del laboratorio nos permite conocer las zonas de la estufa donde se cumplen las condiciones requeridas por los ensayos

7.c Ejemplo de adecuación al uso de cronómetro

Para este tipo de instrumento, el control metrológico se realiza por una calibración o verificación.

El LATU y UTE tienen un convenio mediante el cual UTE custodia los patrones nacionales eléctricos y de frecuencia. Por lo tanto, se encarga de brindar servicios de calibración de este tipo de instrumentos.

También es posible realizar verificaciones internas periódicas (cada laboratorio debe evaluarla). Se puede realizar utilizando la página web perteneciente al NIST-TIME (United States. National Institute of Standards and Technology, s.d.) y comparando el tiempo de nuestro equipo con respecto al de la página web.

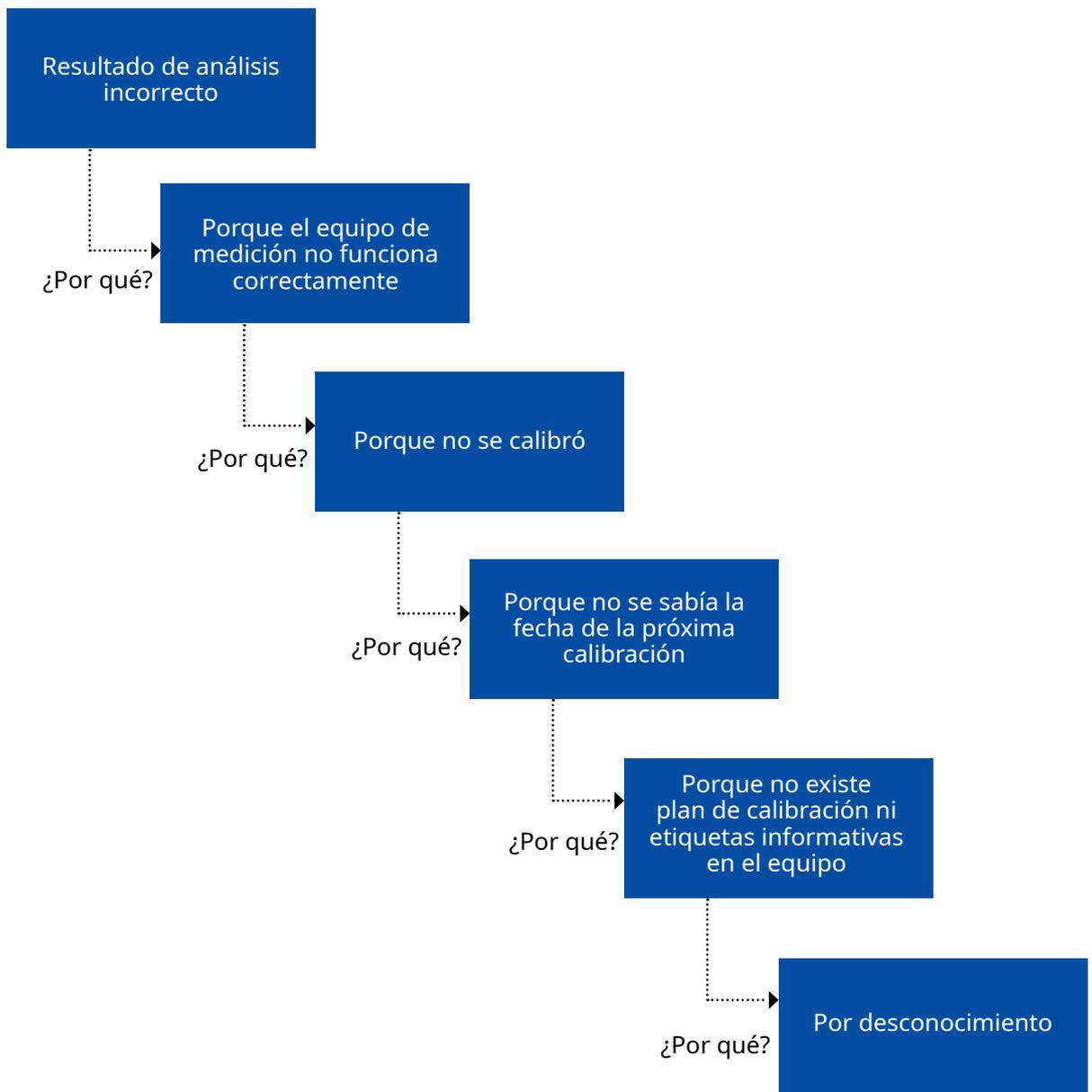
Los tiempos a los cuales se determina la diferencia son según la especificación de cada ensayo. Si el tiempo es menor a 5 minutos, la diferencia debe ser menor a 0,1 segundos. Si es mayor a 5 minutos, esa diferencia debe ser menor a 1 segundo.

7.d Ejemplo de adecuación al uso de termómetro

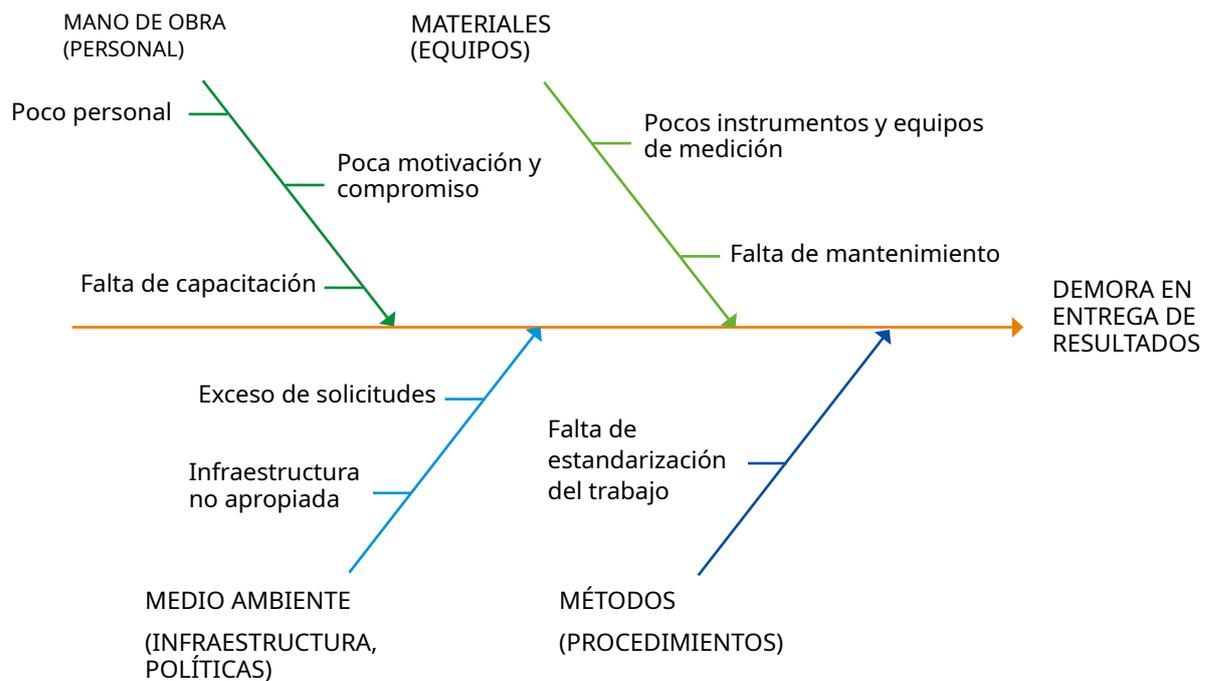
La calibración de termómetros, como la del resto de los instrumentos de medida, consiste en la comparación con otro instrumento de referencia denominado patrón, en ciertas condiciones específicas. De esa forma se obtiene la corrección con su respectiva incertidumbre.

Los servicios de calibración de termómetros son brindados por el LATU y la red de laboratorios de calibraciones secundarios que se encuentran acreditados por el Organismo Uruguayo de Acreditación (OUA).

Anexo 8: Ejemplo de estudio causa raíz de NC mediante la herramienta de los 5 ¿por qué?



Anexo 9: Ejemplo de estudio causa raíz de NC utilizando diagrama de Ishikawa



Anexo 10: Modelo de plan de validación

PLAN DE VALIDACIÓN	
Ensayo	
Fecha	
Responsable	
Alcance	Identificación del equipo: Matriz: Parámetro:
Descripción de actividades	

Elección de los parámetros de validación:

Exactitud:

Precisión:

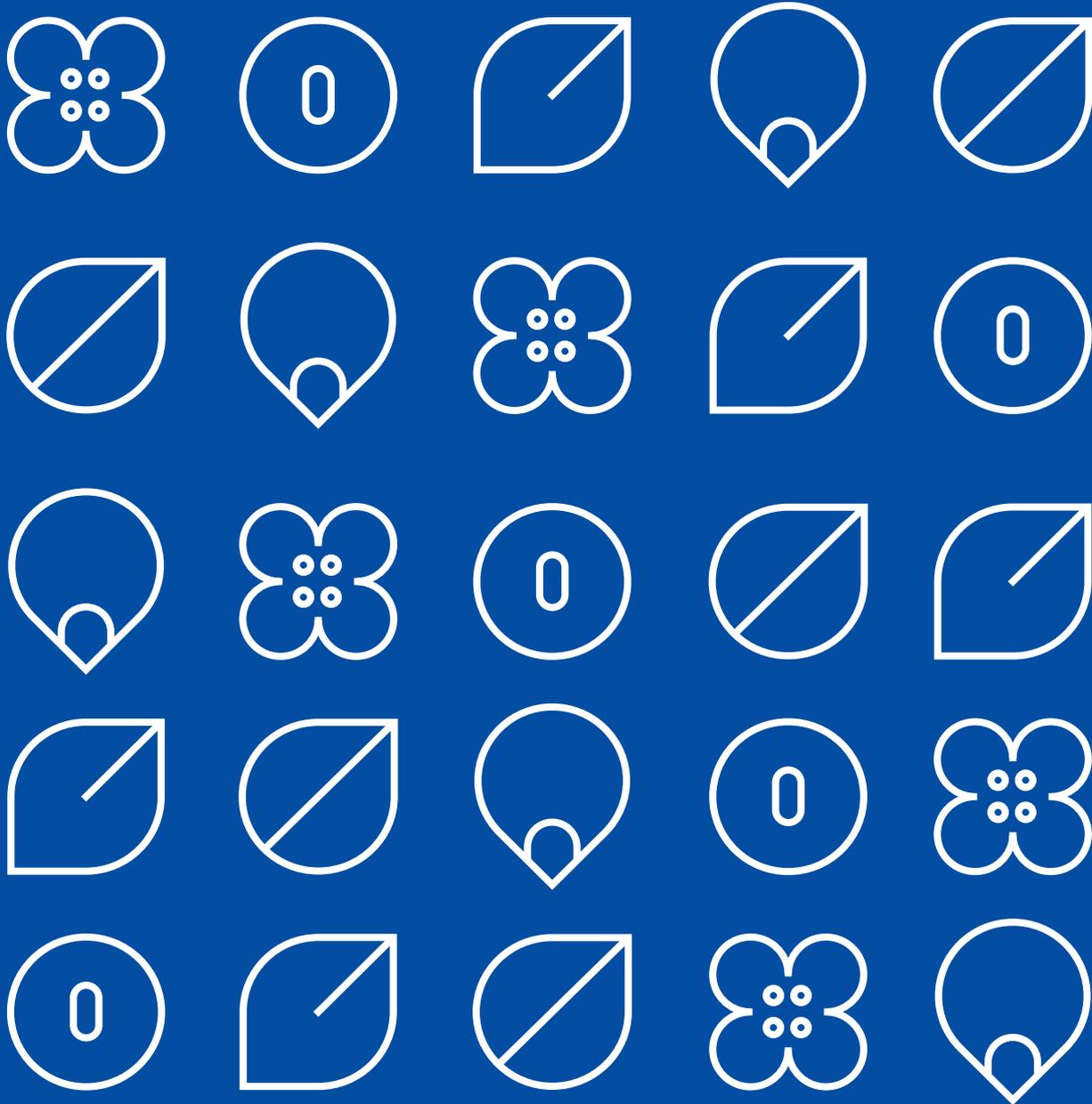
Veracidad:

Rango de trabajo:

Incertidumbre:

Anexo 11: Modelo de informe de validación

INFORME DE VALIDACIÓN	
Ensayo	
Alcance	Identificación del equipo: Matriz: Parámetro:
Basado en	
Propósito	
Tipo de validación	
Procedimiento utilizado para la validación	
Parámetros de la validación a determinar	
Resultados, tratamiento de datos y conclusiones de cada ítem de la validación	
Exactitud: Forma de evaluación: Criterio de conformidad establecido: Conclusiones de la exactitud del método:	
Precisión: Forma de evaluación: Criterio de conformidad establecido: Resultados/registros: Conclusiones:	
Veracidad: Forma de evaluación: Criterio de conformidad establecido: Resultados/registros: Conclusiones:	
Rango de trabajo:	
Incertidumbre: Cálculo/registros: Conclusiones:	
Conclusiones de la validación	
Fecha de la validación	
Fecha de próxima validación:	
Responsable de la validación / habilitación del método	



Laboratorio Tecnológico del Uruguay

Avda. Italia 6201

Montevideo-Uruguay

www.latu.org.uy X in 



ISBN: 978-9915-9531-7-5



9 789915 953175