

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

IMPLEMENTACIÓN DE LA NORMA ISO-17025 PARA ASEGURAR LA COMPETENCIA TÉCNICA DE UN LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS APÍCOLAS

TRABAJO FIN DE MÁSTER UNIVERSITARIO EN GESTIÓN DE LA
SEGURIDAD Y CALIDAD ALIMENTARIA

ALUMNO/A: JAIRO CAMPO MARTÍNEZ

TUTOR/A ACADEMICO: M^a ISABEL ESCRICHE ROBERTO
COTUTOR/A: MARÍA DEL SOL JUAN BORRÁS

Curso Académico:2018/2019

VALENCIA, Julio 2019



IMPLEMENTACIÓN DE LA NORMA ISO 17025 PARA ASEGURAR LA COMPETENCIA TÉCNICA DE UN LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS APÍCOLAS

Autor: Jairo Campo Martínez
Tutor: M^a Isabel Escriche Roberto¹
Cotutor: María del Sol Juan Borrás²

RESUMEN

El sector apícola español viene manteniendo un crecimiento constante y un alto grado de profesionalización. Para garantizar sus transacciones comerciales, nacionales o internacionales, necesita garantizar controles analíticos certificados por laboratorios acreditados por la Entidad Nacional de acreditación (ENAC). La norma ISO/IEC 17025:2017 *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”* basada en las normas ISO 9000, tiene por objetivo promover la confianza en los laboratorios demostrando que operan de forma competente y con capacidad para generar resultados válidos. Esta norma es una de las pocas acreditables, por ello a los laboratorios que la poseen les permite certificar sus resultados analíticos. Este hecho facilita la cooperación y el intercambio de información entre laboratorios de las mismas características y organismos públicos. En este contexto, el presente trabajo tiene como objetivo la implementación de la norma ISO 17025:2017 en el “laboratorio de la miel” ubicado en la Universitat Politècnica de València, con la finalidad de asegurar su competencia técnica y poder ser un referente en el sector apícola. Para ello, se elaboró el Manual de Calidad, describiendo los elementos que forman el Sistema de Gestión de la Calidad del laboratorio y posteriormente se elaboraron los Procedimientos Generales derivados de dicho Manual, así como el formato de los Registros. Finalmente, se realizó la validación de dos de los cuatro métodos analíticos objeto de la acreditación.

PALABRAS CLAVE: ISO 17025, Sistema de Gestión de la Calidad, Validación, Norma, Laboratorio, Sector apícola.

RESUM

El sector apícola espanyol ve mantenint un creixement constant i un alt grau de professionalització. Per garantir les seves transaccions comercials, nacionals o internacionals, necessita garantir controls analítics certificats per laboratoris acreditats per l'Entitat Nacional d'acreditació (ENAC). La norma ISO/IEC 17025:2017 *“Requisits generals per a la competència dels laboratoris*



d'assaig i calibratge" basada en les normes ISO 9000, té per objectiu promoure la confiança en els laboratoris demostrant que operen de forma competent i amb capacitat per generar resultats vàlids. Aquesta norma és una de les poques acreditables, per això als laboratoris que la posseeixen els permet emetre certificats. Aquest fet facilita la cooperació i l'intercanvi d'informació entre laboratoris de les mateixes característiques i organismes públics. En aquest context, el present treball té com a objectiu la implementació de la norma ISO 17025:2017 en el "laboratori de la mel" situat en la Universitat Politècnica de València, amb la finalitat d'assegurar la seua competència tècnica i poder ser un referent en el sector apícola. Per a això, es va elaborar el Manual de Qualitat, descrivint els elements que formen el Sistema de Gestió de la Qualitat del laboratori i posteriorment es van elaborar els Procediments Generals derivats de dit Manual, així com el format dels Registres. Finalment, es va realitzar la validació de dos dels quatre mètodes analítics objecte de l'acreditació.

PARAULES CLAU: ISO 17025, Sistema de Gestió de la Qualitat, Validació, Norma, Laboratori, Sector apícola.

ABSTRACT

The Spanish beekeeping sector has maintained a constant growth and a high degree of professionalism. In order to guarantee its commercial transactions, at a national or international level, it needs to guarantee analytical controls certified by laboratories accredited by the National Accreditation Entity (ENAC). The ISO/IEC 17025:2017 rule "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories" based on the ISO 9000 standards, aims to promote confidence in laboratories by demonstrating that they operate competently and with the capacity to generate valid results. This standard is one of the few that can be accredited, so laboratories that have it are allowed to issue certificates. This facilitates cooperation and the exchange of information between laboratories of the same characteristics and public bodies. In this context, this work aims to implement the ISO 17025:2017 rule in the "honey laboratory" located at the Universitat Politècnica de València, in order to ensure its technical competence and be a reference in the beekeeping sector. To this end, the Quality Manual was drawn up, describing the elements that make up the laboratory's Quality Management System and subsequently the General Procedures derived from this Manual were drawn up, as well as the format of the Registers. Finally, two of the four analytical methods covered by the accreditation were validated.

KEY WORDS: ISO 17025, Quality Management System, Validation, Standard, Laboratory, Beekeeping Sector.

INTRODUCCIÓN

Los organismos europeos y nacionales junto con los clientes presionan a las empresas para garantizar la calidad de sus productos. Los laboratorios de ensayo y calibración no son ajenos a esta exigencia, por ello ha surgido la necesidad de implantar en ellos un sistema de gestión de la calidad de sus productos, que no son otra cosa que los datos que en ellos se generan.

La norma ISO 17025:2017 (*“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”*), desarrollada con el objetivo de promover la confianza en la operación de los laboratorios, es aplicable a todas las organizaciones que desarrollan actividades de laboratorio, independientemente del número de trabajadores. Esta norma permite demostrar que se opera de forma competente y que se tiene la capacidad de generar resultados válidos. Los laboratorios que la cumplen también operan de forma general según los principios de la Norma ISO 9001.

La ISO 17025:2017 obliga al laboratorio a planificar e implementar acciones para abordar tanto los posibles riesgos como las oportunidades que pueda ofrecer. Es decir, el laboratorio es el que debe decidir los riesgos y las oportunidades que quiere abordar. Este hecho establece la base para incrementar la eficacia de su sistema de gestión y lograr mejores resultados, minimizando los efectos negativos.

La aplicación de la norma facilita la cooperación entre los laboratorios y organismos públicos, ya que ayuda al intercambio de información y experiencia gracias a la armonización de la gestión documental. El uso de la misma no solo es de utilidad para los laboratorios que la implementan, sino que además es útil para que clientes del laboratorio, autoridades competentes, organizaciones, organismos de acreditación, etc. reconozcan la competencia de dichos laboratorios.

La última versión, de 2017, anula y sustituye a la de 2005. Los principales cambios en comparación con la edición anterior se basan en la necesidad de evaluar el riesgo y en una mayor flexibilidad en la gestión documental.

La norma ISO 17025:2017 pertenece al grupo de normas ISO que se acreditan. En España, el organismo encargado de otorgarla es la Entidad Nacional de Acreditación (ENAC). La acreditación, es una “licencia” para prestar los servicios de certificación. Si un laboratorio no está acreditado, los certificados que emite no están reconocidos. Un laboratorio acreditado es aquel que ha demostrado disponer de la necesaria solvencia técnica, mientras que en el caso de los laboratorios no acreditados sólo puede ofrecer la confianza personal en las declaraciones del propio laboratorio. Por ello, la acreditación es la herramienta internacionalmente establecida para generar confianza sobre la correcta ejecución de las actividades que se llevan a cabo en un laboratorio de ensayo (actividades de evaluación de la conformidad incluyendo ensayo, calibración, inspección, certificación o verificación entre otras). Los beneficios que proporciona la acreditación de un laboratorio son:



- **Reconocimiento:** tanto del prestigio como de la confianza que aporta ante diferentes públicos como los clientes o administraciones públicas; además permite reducir las múltiples evaluaciones de estos.
- **Ventaja competitiva:** ayuda a diferenciarse de la competencia.
- **Acceso a los mercados:** es internacionalmente reconocida en más de 100 países del mundo, lo que otorga oportunidades en el extranjero. Ya que cada vez es más requerida por organizaciones del sector público y privado de todo el mundo.
- **Mejora continua:** proporciona al laboratorio la oportunidad de mejorar de forma continua la obtención de sus resultados.
- **Facilita el acceso a compras públicas:** cada vez más el uso de servicios acreditados prima en los pliegos de contratación pública.

El sector apícola, al igual que otros sectores agroalimentarios, en sus transacciones comerciales nacionales o internacionales necesita cada vez más garantizar la calidad de controles analíticos mediante certificaciones emitidas por laboratorios acreditados. Consciente de ello, El laboratorio de control de calidad de la miel y los productos apícolas “LABMIEL” (ubicado en el Instituto de Ingeniería de Alimentos para el Desarrollo de la Universitat Politècnica de València) busca acreditarse según la norma ISO/IEC 17025:2017 con la finalidad de asegurar su competencia técnica. Este laboratorio es el único de estas características en la Comunidad Valenciana y de los pocos existentes en España capaz de ofertar un amplio servicio analítico, además de desarrollar actividades de I+D+I.

En este contexto, el objetivo de este trabajo ha sido la implementación de la norma ISO 17025:2017 en el laboratorio LABMIEL para su posterior acreditación. Para ello, se ha redactado el Manual de Calidad acorde a los requisitos de la norma, los Procedimientos Generales y sus Registros. Todo ello con el fin de que el Sistema de Gestión de Calidad supere la auditoría de acreditación por parte de la Entidad Nacional de Acreditación. Además, se ha realizado el estudio de la validación de dos de los cuatro métodos que el laboratorio pretende acreditar.

MATERIALES Y MÉTODOS

Para la realización del presente trabajo se consultó la norma UNE-EN ISO 17025:2017, la UNE-EN ISO 9000:2015 (Vocabulario), el Real Decreto 140/2003 para la determinación de humedad y conductividad eléctrica en miel, mediante el método oficial.

También se consultó el material disponible en la International Honey Commission para el desarrollo de métodos analíticos y los documentos de ENAC sobre el apoyo para la acreditación, además del directorio de la SANCO/3030/99 revisión 5 del 22 de marzo de 2019.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La realización de este trabajo se inició actualizando la versión del manual de calidad y de los procedimientos existentes en el laboratorio, en base a los requisitos de la tercera versión de la norma ISO 17025:2017. Aunque el manual de calidad no es obligatorio por la norma, el laboratorio ha considerado imprescindible su redacción con el fin de simplificar la gestión de su documentación. Además, se redactaron nuevos procedimientos que se consideraron necesarios, así como todos los registros ya que el laboratorio no disponía de ninguno de ellos.

La *figura 1* muestra la estructura planteada en este trabajo para la documentación del sistema de gestión de la calidad (SGC) de LABMIEL. Esta se inició con la redacción del manual de calidad actualizado y con los procedimientos generales de aquellos puntos que no se habían redactado de forma detallada en dicho manual. En concreto, en este trabajo se han redactado 12 procedimientos generales y se han elaborado los registros necesarios para cada uno de ellos. El número de registros varió en función de las necesidades de cada procedimiento.

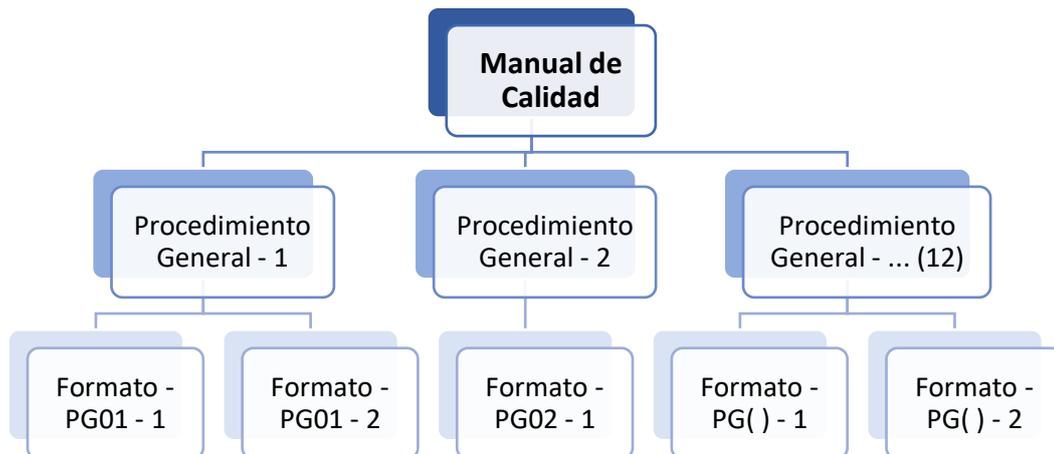


FIGURA 1. Estructura de la documentación del sistema de gestión de la calidad (SGC) del Laboratorio de la miel (LABMIEL).

Manual de calidad

El manual de calidad describe los distintos elementos y procesos que conforman el sistema de gestión de la calidad (definido según la norma UNE-EN-ISO 17025:2017) y los requisitos específicos del documento CGA-ENAC-LEC, aplicable a las actividades de ensayo llevadas a cabo por LABMIEL. Todo ello recogido en un total de 24 capítulos que se muestran en la *tabla 1*. En él figuran la política de calidad que sigue y las herramientas utilizadas para alcanzar los objetivos establecidos. El manual contempla igualmente



descripciones, informaciones, procedimientos y previsiones implantadas para asegurar la consecución de los objetivos marcados por la Dirección. El laboratorio tiene previsto que este documento está a disposición de cualquiera que lo desee solicitar con el fin de conocer los estándares de calidad implementados en el mismo.

TABLA 1. Capítulos del manual de calidad de LABMIEL.

MANUAL DE CALIDAD

N.º DE CAPÍTULO	NOMBRE DEL CAPÍTULO
1	Introducción
2	Política de calidad
3	Sistema de gestión de la calidad
4	Salvaguardias
5	Organización
6	Personal
7	Equipo y trazabilidad de las medidas
8	Instalaciones y condiciones ambientales
9	Métodos de ensayo y validación de métodos
10	Aseguramiento de la calidad de los resultados de los ensayos
11	Gestión de muestra
12	Informe de resultados
13	Gestión de los registros
14	Control de trabajos no conformes: No conformidades
15	Mejora continua
16	Acciones preventivas
17	Acciones correctivas
18	Subcontratación
19	Reclamaciones
20	Compras de servicios y suministros
21	Auditorías internas
22	Revisión del sistema de gestión de la calidad
23	Servicio al cliente
24	Gestión de solicitudes ofertas y contratos

Como ejemplo la *figura 2* muestra un capítulo del manual de calidad (capítulo 2), correspondiente a la política de calidad del laboratorio. Su finalidad fue documentar de manera completa el grado de compromiso que el laboratorio tiene en relación con la calidad y su sistema de gestión. El manual de calidad sigue el formato empleado en el ejemplo del capítulo 2, cuyo encabezado debe presentar el logo del laboratorio, el título identificativo del documento, además de indicar la abreviatura y el número de la revisión del documento.

	MANUAL DE LA CALIDAD	MAN
		Rev. 1
		Hoja 8 de 54

2. POLÍTICA DE CALIDAD

El Laboratorio LABMIEL se rige por una política de Calidad y Medio Ambiente cuya finalidad es ofrecer a sus clientes un servicio serio, eficaz y con un elevado grado de profesionalidad, que cumpla sus expectativas. Para ello nos basamos en los siguientes principios:

- Aportar los medios y recursos necesarios para la implantación y el mantenimiento de un sistema integrado de calidad y gestión ambiental.
- Cumplir en todo momento las exigencias de la legislación y normas vigentes que le sean de aplicación a nuestra organización.
- Asegurar la mejora continua de nuestro sistema de Calidad y Medio Ambiente, los procesos, métodos de actuación y las relaciones con las partes interesadas. En este sentido, la formación continua de todos nuestros técnicos especialistas es una herramienta imprescindible.
- Promover la formación e información entre los empleados, potenciando su responsabilidad, para que contribuyan de forma eficaz a conseguir la satisfacción de nuestros clientes y a respetar el medio ambiente.
- Mantener todos nuestros equipos y recursos de trabajo en óptimo estado de rendimiento, siguiendo los patrones y procesos de calibración establecidos, de modo que se garanticen los estándares de calidad establecidos por el laboratorio.
- Fomentar y mantener estrechas relaciones con nuestros clientes, que nos permita recoger sus necesidades, ofreciendo respuestas efectivas y rápidas que satisfagan sus expectativas.
- Exigir a nuestros proveedores el mismo compromiso con el medio ambiente y los mismos niveles de calidad propuestos para la organización.
- Comunicar esta política a todas las personas que trabajan para el laboratorio o en nombre de él, se ha estableciendo un canal de comunicación abierto.

La Dirección del Laboratorio se compromete a que esta política y el Sistema de Gestión Ambiental y de Calidad que la desarrolla sean entendidos, implantados y mantenidos cotidianamente en todos los niveles de la organización. De igual manera, adquiere el firme compromiso de concretar y actualizar los objetivos ambientales y de calidad establecidos en dicha política mediante las revisiones anuales del sistema llevadas a cabo por la Dirección.

FIGURA 2. Capítulo 2 del manual de calidad de LABMIEL: Política de calidad.

Procedimientos Generales

Se redactaron 12 procedimientos generales, asociados a operaciones que se llevan a cabo en el laboratorio. De esta forma se describió en detalle puntos concretos del manual de calidad simplificando así su volumen. Estos procedimientos no solo contemplan instrucciones técnicas sino operaciones de todo tipo; desde la gestión de la documentación hasta la manera de realizar cálculos matemáticos.

Al contrario de lo que sucede con el documento del manual de calidad, los procedimientos generales no son de acceso público y por lo tanto no pueden ser consultados por los clientes.

Todos los procedimientos se redactaron siguiendo la misma estructura. En el PG/LABMIEL/01-*Gestión de la documentación* se estipuló que todos los procedimientos se estructurarían (siempre que sea posible), tal y como se muestra en la *figura 3*.

	PROCEDIMIENTO GENERAL GESTIÓN DE LA DOCUMENTACIÓN	PG/LABMIEL/01
		Rev. 1
		Hoja 8 de 8

6.2. Estructura de los documentos de calidad.

6.2.1. PROCEDIMIENTOS y VALIDACIONES

Se estructuran, siempre que sea posible, de la siguiente forma:

PORTADA

En ella se indicará:

- Identificación del LABMIEL
- Título del documento
- Número de revisión
- Fecha de revisión
- Histórico de modificaciones (se indicarán las sucesivas modificaciones del documento)
- Nombre, firma y fecha del responsable de aprobación (responsable de puesta en circulación)

CONTENIDO: se redactan, siempre que sea posible, de acuerdo a los siguientes apartados:

ÍNDICE

1. Objeto
 - Describirá la finalidad del capítulo
2. Alcance
 - Establecerá el campo de aplicación del procedimiento.
3. Referencias
 - Se indicará los documentos utilizados como referencia para realizar el procedimiento, así como otros documentos que lo complementen.
4. General

Cuando sea necesario, este apartado detallará toda aquella información que se considere útil y/o ayude a la utilización y comprensión del procedimiento (definiciones, abreviaturas, antecedentes, introducción teórica, etc.).
5. Descripción

Detallará la secuencia de actuación en la actividad objeto del procedimiento, medios necesarios, responsabilidades, registros generados, criterios de aceptación o rechazo, si procede, y archivo o registro.
6. Anexos

Se incluirán tantos anexos como se estime necesario para facilitar la comprensión y puesta en práctica del procedimiento o instrucción.

PG01

FIGURA 3. Procedimiento general que muestra la estructura a seguir.

Los procedimientos generales y sus objetivos se describen en la *tabla 2*.

TABLA 2. Descripción de los procedimientos generales elaborados (Código, título y objetivo).

Código y título	Objetivo
PG/LABMIEL/01 <i>Gestión de la documentación</i>	Define el sistema de actuación establecido por LABMIEL para la emisión, control, distribución, difusión, modificaciones y anulación de la documentación. Asimismo, define las responsabilidades y los formatos aplicables.
PG/LABMIEL/02 <i>Gestión de equipos</i>	Describe el sistema de gestión de equipos internos (control, calibración y mantenimiento) para garantizar la disponibilidad y correcto funcionamiento de los equipos del laboratorio, incluyendo la trazabilidad de las medidas.
PG/LABMIEL/03 <i>Calibración, verificación y mantenimiento del material volumétrico</i>	Establece las directrices a seguir para la calibración, verificación y mantenimiento de todo el material volumétrico del laboratorio.
PG/LABMIEL/04 <i>Gestión de materiales de referencia, patrones químicos y reactivos</i>	Describe el sistema de gestión de equipos internos, en relación con la gestión de materiales de referencia, patrones elaborados en el laboratorio y reactivos.
PG/LABMIEL/05 <i>Archivo de documentos y registros</i>	Medidas establecidas por el LABMIEL para asegurar la adecuada clasificación y archivo de los documentos y registros relacionados con el sistema de calidad.
PG/LABMIEL/06 <i>Cálculo de incertidumbres de medida</i>	Metodología y criterios para calcular la incertidumbre de medida en cada proceso realizado en el laboratorio.
PG/LABMIEL/07 <i>Validación métodos analíticos</i>	Descripción del proceso seguido por el laboratorio para llevar a cabo la validación de los métodos analíticos que lo precisen.
PG/LABMIEL/08 <i>Equipos de medida. Control y mantenimiento</i>	Directrices a seguir para asegurar el control y el mantenimiento de los equipos de medida.



PG/LABMIEL/09 Control y registro de temperaturas	Proceso para la comprobación y el registro de la temperatura de las neveras y hornos, con el fin de asegurar el correcto almacenamiento y conservación del material que se encuentre almacenado en su interior.
PG/LABMIEL/10 Auditorías internas	Define las actividades, proporciona los procedimientos, cuestionarios y guías de trabajo para la ejecución de las auditorías internas.
PG/LABMIEL/11 Control de calidad de ensayos	Sistemática para el control de calidad interno y externo de los ensayos realizados en el laboratorio.
PG/LABMIEL/12 Intercomparaciones	Define la sistemática de evaluación de los resultados de los ensayos interlaboratorio, con el fin de verificar la adecuación de los resultados emitidos.

Registros

La redacción y actualización de los procedimientos generales conllevó la creación de una serie de registros. Estos documentos son un tipo especial de documento, que proporcionan al laboratorio la forma de evidenciar la conformidad con los requisitos de las actividades realizadas. Los formatos creados son plantillas en las que se anotaron los datos relacionados con los distintos procesos que se llevan a cabo en el laboratorio, convirtiéndose así en registros que evidencian el resultado de la realización de una tarea.

Además de proporcionar evidencias de verificaciones, su uso también demostró acciones preventivas y correctivas a realizar. Se estipuló que el periodo de conservación de los registros sería de los 3 a los 5 años, en función de las cuestiones legales relacionadas con los datos registrados.

Se elaboraron un total de 20 registros de los diferentes procedimientos generales. En las *figuras 4-A y 4-B*, se muestra el registro de los documentos en vigor que corresponde a los formatos redactados y relacionados con sus correspondientes procedimientos generales.

	REGISTRO DE LOS DOCUMENTOS EN VIGOR	F/PG01/01
		Rev. 1
		Hoja 2 de 5

CÓDIGO DEL DOCUMENTO	REV.	TÍTULO	FECHA	OBSERVACIONES
2. PROCEDIMIENTOS GENERALES				
Formatos – PG/01				
F/PG01/01	Rev. 1	Documentación en Vigor	06/05/2019	
F/PG01/02	Rev. 1	Registro de Distribución	06/05/2019	
PG/LABMIEL/01	Rev. 1	Gestión de la Documentación	01/04/2019	
Formatos – PG/02				
F/PG02/01	Rev. 1	Ficha Equipo	06/05/2019	
F/PG02/02	Rev. 1	Entrada y Salida de Equipos	06/05/2019	
F/PG02/03	Rev. 1	Informe Anomalías de Equipo	06/05/2019	
F/PG02/04	Rev. 1	Plan Mantenimiento	06/05/2019	
F/PG02/05	Rev. 1	Mantenimiento Ocasional	06/05/2019	
F/PG02/06	Rev. 1	Ficha de equipo instrumental histórico controles	06/05/2019	
PG/LABMIEL/02	Rev. 1	Gestión de Equipos	02/04/2019	
Formatos – PG/03				
F/PG03/01	Rev. 1	Calibración Material Volumétrico	07/05/2019	
F/PG03/02	Rev. 1			
PG/LABMIEL/03	Rev. 1	Calibración, Verificación y Mantenimiento del Material Volumétrico	03/04/2019	
Formatos – PG/04				
F/PG04/01	Rev. 1	Listado Material de Referencia, Patrones	08/05/2019	
F/PG04/02	Rev. 1	Ficha de preparación	08/05/2019	
F/PG04/03	Rev. 1	Ficha de preparación de disoluciones patrones y reactivos	08/05/2019	
PG/LABMIEL/04	Rev. 1	Gestión de Materiales de Referencia, Patrones Químicos y Reactivos	04/04/2019	

FIGURA 4-A. Registro de los documentos en vigor de los formatos y sus procedimientos generales.

	REGISTRO DE LOS DOCUMENTOS EN VIGOR		F/PG01/01
			Rev. 1
			Hoja 3 de 5

Formatos – PG/05				
F/PG05/01	Rev. 1			
PG/LABMIEL/05	Rev. 1	Archivo de Documentos y Registros	05/04/2019	
Formatos – PG/06				
F/PG06/01	Rev. 1			
PG/LABMIEL/06	Rev. 1	Estimación de la Incertidumbre de Medida	09/04/2019	
Formatos – PG/07				
F/PG07/01	Rev. 1	Hoja de Validación de Método	08/05/2019	
PG/LABMIEL/07	Rev. 1	Validación métodos analíticos	10/04/2019	
Formatos – PG/08				
F/PG08/01	Rev. 1			
PG/LABMIEL/08	Rev. 1	Equipos de medida. Control y mantenimiento	12/04/2019	
Formatos – PG/09				
F/PG09/01	Rev. 1	Registro de temperaturas	09/05/2019	
F/PG09/02	Rev. 1	Registro de Incidencias de Temperaturas	09/05/2019	
PG/LABMIEL/09	Rev. 1	Control de temperaturas	15/05/2019	
Formatos – PG/10				
F/PG10/01	Rev. 1	Programación y Control de Auditorías	09/05/2019	
F/PG10/02	Rev. 1	Plan de Auditoría	10/05/2019	
F/PG10/03	Rev. 1	Acta de Auditoría	10/05/2019	
F/PG10/04	Rev. 1	Evaluación de Auditores	10/05/2019	
F/PG10/05	Rev. 1	Check-list Auditoría del SGC	10/05/2019	
PG/LABMIEL/10	Rev. 1	Auditorías Internas	16/04/2019	
Formatos – PG/11				
F/PG11/01	Rev. 1	Control de Calidad de los Ensayos	11/05/2019	
PG/LABMIEL/11	Rev. 1	Control de Calidad de Ensayos	17/04/2019	
Formatos – PG/12				
F/PG12/01	Rev. 1	Estudio de Resultados Intercomparación	11/05/2019	
PG/LABMIEL/12	Rev. 1	Intercomparaciones	29/04/2019	

FIGURA 4-B. Registro de los documentos en vigor de los formatos y sus procedimientos generales.

Validación de los métodos analíticos

La validación de los métodos analíticos es un requisito fundamental y posiblemente el más característico de la norma 17025. En el capítulo 7 se especifica que “*el laboratorio debe validar los métodos no normalizados, los métodos desarrollados por el laboratorio y los métodos normalizados utilizados fuera de su alcance previsto o modificados de otra forma*”. LABMIEL busca ser un laboratorio de referencia en la Comunidad Valenciana para la realización de análisis físico-químicos de la miel. Por este motivo, el laboratorio es consciente de la necesidad de validar los métodos analíticos, que se aplican en las distintas determinaciones llevadas a cabo, con el fin de obtener la acreditación por parte de ENAC según la norma UNE-EN-ISO/IEC 17025:2017. Esta norma (y en este sentido se utiliza en este trabajo), utiliza el término “método”, como sinónimo de “procedimiento de medición”.

En el contexto de la validación de los métodos analíticos, LABMIEL ha tenido en cuenta la diferencia entre el término validación y verificación. La Norma especifica que los métodos que ya han sido validados o están normalizados, no es necesario validarlos de nuevo, pero sí que es imprescindible realizar una verificación del cumplimiento de ciertos parámetros como: límite de detección (LOD), límite de cuantificación (LOQ) (sensibilidad), exactitud y precisión (en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad). En el caso de la validación, además de los parámetros citados anteriormente es necesario determinar: linealidad, rango de trabajo e incertidumbre de la medida. Según la IUPAC: *LOD* es la concentración más pequeña de analito que conduce a una señal cuya magnitud es estadísticamente diferente al blanco; *LOQ* es la concentración o masa mínima de analito que conduce a una señal que estadísticamente no puede ser confundida con un blanco y además se puede cuantificar de forma fiable; la precisión es una medida del error aleatorio o indeterminado definido como la mutua concordancia entre las medidas realizadas sobre la misma muestra en idénticas condiciones, ésta se estudia mediante el cálculo de la repetibilidad y de la reproducibilidad; la *repetibilidad* es el grado de concordancia entre los resultados obtenidos independientemente de la misma muestra en condiciones idénticas: mismo equipo, analista, en un mismo laboratorio y en un sólo día, mientras que la *reproducibilidad* se define como el grado de concordancia entre dos o más resultados independientes de la misma muestra, pero de alícuotas diferentes, diferentes días y distinto analista; la *incertidumbre* de una medición es una estimación unida al resultado de un ensayo que caracteriza el intervalo de valores dentro de los cuales se afirma que está el valor verdadero.

LABMIEL quiere acreditarse en cuatro métodos de ensayo: 1. Determinación de la humedad mediante su índice de refracción, 2. Determinación de la conductividad eléctrica, 3. Análisis del color mediante escala de color Pfund y 4. Determinación de hidroximetilfurfural (HMF) por cromatografía líquida. En este estudio se realizó la validación del método de HMF (no oficial) y la verificación de la humedad al tratarse de un método oficial. Las labores de validación se han realizado en términos de linealidad, LOD, LOQ, precisión y exactitud y mientras que en el caso de la verificación no se

incluyó la linealidad En los siguientes apartados, se detalla el procedimiento seguido en ambos casos.

Validación del método de determinación de HMF por cromatografía líquida

La validación del método de determinación de HMF por cromatografía líquida se realizó teniendo en cuenta los siguientes parámetros:

1. Comprobación de la linealidad

La linealidad se estudió mediante la realización de una curva de calibrado a 5 niveles, de concentraciones comprendidas entre el LOD (1 mg/kg) y 50 mg/kg, realizando 3 réplicas para cada nivel (*figura 5*). LABMIEL seleccionó este rango de trabajo con el objetivo de incluir el valor máximo de HMF permitido por la ley (40 mg/kg).

El coeficiente de correlación fue superior a 0.9998 para el rango de concentraciones considerado.

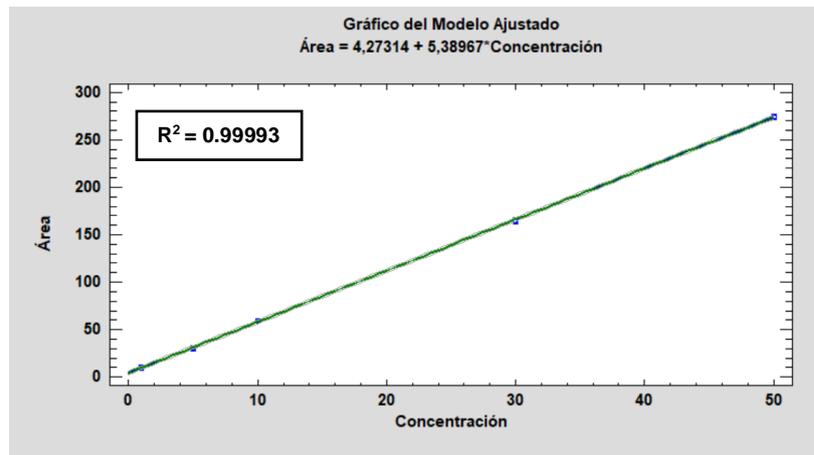


FIGURA 5. Linealidad del método HMF.

Con la finalidad de comprobar la bondad del modelo obtenido se representó el comportamiento de los residuales (*figura 6*). Se puede observar que el modelo anteriormente obtenido es adecuado, ya que los residuales aparecen distribuidos a lo largo del intervalo de medida, con media 0 y desviación constante.

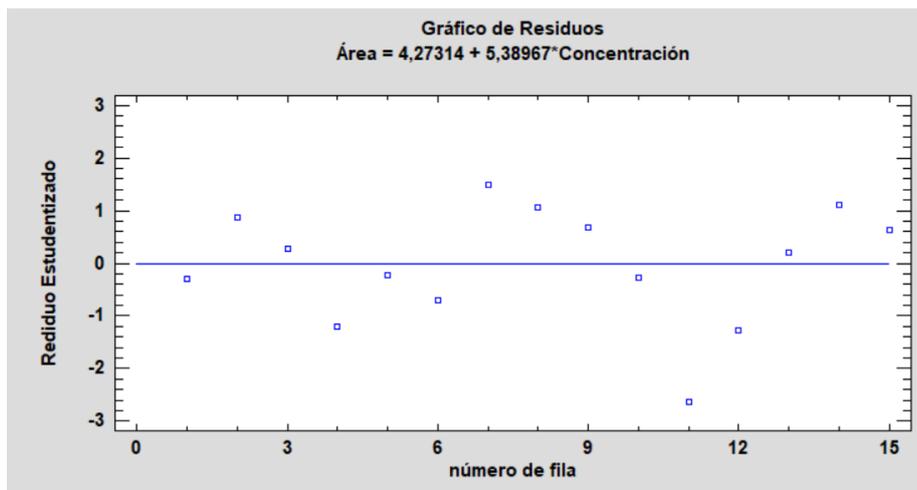


FIGURA 6. Gráfica de los residuales.

2. Cálculo del LOD y LOQ

La sensibilidad del método para la determinación de HMF se determinó mediante el cálculo del LOD además del LOQ. Ambos a partir de la curva de calibrado, empleando las ecuaciones 1 y 2.

$$LOD = \frac{a + 3Sa}{m} \quad (1)$$

$$LOQ = \frac{a + 10Sa}{m} \quad (2)$$

donde:

a = ordenada en el origen

Sa = error de la ordenada en el origen y

m = pendiente de la recta de calibrado.

La *tabla 3*, muestra los límites de detección y cuantificación obtenidos para el método de determinación de HMF por cromatografía.

TABLA 3. Límites de detección y cuantificación obtenidos para el método de determinación de HMF por cromatografía.

LOD	LOQ
1 mg/kg	2 mg/kg

3. Determinación de la precisión

La precisión del método se evaluó calculando la repetibilidad y reproducibilidad, utilizando 4 muestras de mieles procedentes de ensayos interlaboratorio (en los que había participado previamente LABMIEL), así como muestras cedidas por laboratorios del sector apícola acreditados en esta

metodología. Estas muestras de distintos tipos de mieles, cubrían el rango de concentración de HMF que el laboratorio quería acreditar.

Para el estudio de la repetibilidad, se realizó en un mismo día, un total de 10 repeticiones consecutivas de HMF para cada una de las muestras, dando un total de 40 medidas. Con respecto a la reproducibilidad. Se analizaron 10 réplicas a lo largo de una semana, distribuidas en 2 repeticiones cada día.

Con los valores obtenidos en ambos casos, se calculó para cada nivel de concentración: la media y el coeficiente de variación (CV) [RSD (%)]. La *tabla 4* muestra los valores medios obtenidos en el presente trabajo. La repetibilidad y la reproducibilidad expresadas como CV oscilaron entre 0.51 - 2.29% y 4.45 - 5.91%, respectivamente.

Con la finalidad de comprobar si los valores obtenidos son válidos, se aplicó el criterio de aceptación de Horwitz (Health and Protection, 2019). Este establece que para el coeficiente de variación sea adecuado, debe ser menor que el obtenido aplicando las ecuaciones de Horwitz (3 y 4).

$$\text{Repetibilidad} = 1/2 (\%RSD_r) = 1/2 (2^{1-0.5 \log C}) \quad (1)$$

$$\text{Reproducibilidad} = 2/3 (\%RSD_R) = 2/3 (2^{1-0.5 \log C}) \quad (2)$$

donde: C = valor de HMF reportado por el estudio interlaboratorio y laboratorios acreditados que proporcionaron las muestras de este estudio

En la *tabla 4*, se puede observar que, tanto para la repetibilidad como para la reproducibilidad, en todos los niveles estudiados se cumple con criterio de aceptabilidad de Horwitz, ya que los valores de CV obtenidos a partir de las muestras experimentales fueron siempre inferiores al valor calculado aplicando las ecuaciones 3 y 4.

TABLA 4. Estudio de la precisión del método de HMF.

Muestra	Hidroximetilfurfural				
	Concentración mg/kg	Repetibilidad RSD (%)	Reproducibilidad RSD (%)	Repetibilidad Horwitz	Reproducibilidad Horwitz
Validación 1	18.71	1.75	3.80	5.15	6.85
Validación 4	7.43	2.29	4.83	5.91	7.96
Validación 10	48.89	0.51	3.75	4.45	5.97
Validación 11	35.93	1.22	5.43	4.67	6.22

4. Estudio de la exactitud

Debido a la ausencia de materiales de referencia de HMF en miel, el cálculo de la exactitud se realizó comparando los resultados obtenidos por el método analítico que se quiere validar, con los proporcionados por el organismo BIPEA (organización europea para la realización de ensayos interlaboratorio). El valor obtenido correspondió al nivel superior y procedía de la participación en

ensayos interlaboratorio. Por ello, de los 4 niveles objeto del estudio, hasta la fecha solo se ha contemplado la exactitud para este nivel (*tabla 5*), aunque LABMIEL es consciente que debe contemplar esta información para los niveles restantes cuando se disponga de datos para ello.

Se puede observar que el valor proporcionado por el método cromatográfico de LABMIEL cumple con el criterio de tolerancia establecido por BIPEA para su valor real.

TABLA 5. Estudio de la exactitud mediante el empleo de ensayos interlaboratorio.

Muestra	Hidroximetilfurfural (mg/kg)		
	HPLC LABMIEL	HPLC BIPEA	Tolerancia BIPEA
Marzo 2018	41.0	40.8	± 8.2

Hasta el momento del estudio solo se dispone de un resultado proporcionado por BIPEA. El laboratorio se encuentra a la espera de participar en los próximos ensayos interlaboratorio de dicho organismo y así poder aportar datos satisfactorios que demuestren la exactitud del método.

Cuando se disponga de un número adecuado de resultados, el laboratorio completará el estudio de la exactitud comparando los resultados obtenidos con el método analítico que se quiere validar con los proporcionados por el organismo BIPEA. Para ello se debe realizar un estudio de regresión, tomando como variable independiente los valores de BIPEA y como variable dependiente los valores obtenidos mediante HPLC.

5. Cálculo de la incertidumbre de medida

El último requisito de la validación de un método es el cálculo de su incertidumbre. En este estudio, la evaluación de la incertidumbre se basa en la información obtenida a partir de los resultados interlaboratorio, por lo que su determinación precisa no será posible hasta recopilar los resultados a lo largo de un año de participación. Esto no evitará que no se pueda validar el método, simplemente estará sujeto a una revisión en la próxima auditoría.

Verificación método de la humedad

El estudio de la linealidad no se realizó en esta determinación debido a que el método no lo permite. Además, al tratarse de una verificación, no es un requisito necesario.

1. Cálculos de los LOD y LOQ

Los límites de detección y cuantificación se calcularon para todos los métodos que se verificaron en este trabajo según lo estipulado en el Real Decreto 140/2003 (BOE, 2003). Se usaron en todos los casos "blancos de procedimiento, con la excepción del método de la humedad ya que no es posible medir dichos "blancos" por reflectometría. Por ello, se consideró 13.0% como límite de detección/cuantificación al ser el mínimo valor de humedad que se puede calcular con la tabla de Chataway (BOE, 1986).

2. Determinación de la precisión del método

Con respecto a la precisión, se evaluó del mismo modo que en la validación del método de HMF; mediante el estudio de la repetibilidad y reproducibilidad empleando muestras de ensayos interlaboratorio, así como muestras cedidas por laboratorios del sector apícola acreditados en esta metodología. En la *tabla 6* se muestran los valores de repetibilidad y reproducibilidad expresados como desviación estándar relativa [RSD (%)]. Los valores de repetibilidad obtenidos, oscilaron entre 0.27% y 0.59%, mientras que para la reproducibilidad se encontraron entre 0.62% y 1.96%. Se observa que se cumple el criterio de aceptación de Horwitz para ambos parámetros ya que todos los valores de RSD (%) se encuentran por debajo de los calculados a través de dicha ecuación. Para la muestra de BIPEA del mes de mayo no se dispone del valor otorgado por dicha organización, por lo que no es posible comprobar si cumple el criterio de aceptación de Horwitz.

TABLA 6. Estudio de la precisión del método para HMF.

Muestra	Humedad				
	Contenido humedad %	Repetibilidad RSD (%)	Reproducibilidad RSD (%)	Repetibilidad Horwitz	Reproducibilidad Horwitz
BIPEA Marzo	17.0	0.28	1.96	5.24	7.00
BIPEA Mayo	15.4	0.57	0.62	-	-
Validación 1	19.5	0.34	0.68	5.12	6.82
Validación 2	17.7	0.27	0.96	5.19	6.92
Validación 3	17.9	0.41	1.08	5.18	6.91
Validación 4	17.2	0.43	0.92	5.21	6.95
Validación 5	16.5	0.59	1.40	5.24	7.01
Validación 6	16.4	0.58	1.41	5.25	7.00
Validación 7	16.9	0.33	1.14	5.23	6.97

3. Estudio de la exactitud

En el estudio de la exactitud, al igual que lo sucedido para el HMF hidroximetilfurfural; ante la falta de materiales de referencia, se emplearon materiales que provenían de ensayos interlaboratorio de BIPEA. En el momento de la redacción de este trabajo solo se disponía de un valor de interlaboratorio correspondiente al 16.6%. LABMIEL es consciente de la necesidad de cubrir los niveles restantes. Por ello participará en los siguientes ensayos interlaboratorio, con el fin de cubrir todo el rango de trabajo estipulado.

El resultado obtenido hasta el momento fue satisfactorio como se puede observar en la *tabla 7*. El valor proporcionado por el método aplicado en LABMIEL cumple con el criterio de tolerancia establecido por BIPEA.

TABLA 7. Estudio de la exactitud mediante el empleo de ensayos interlaboratorio.

Muestra	Humedad (%)		
	% Humedad LABMIEL	% Humedad BIPEA	Tolerancia BIPEA
Marzo 2018	16.8	16.6	± 0.4

Al igual que sucede con los otros métodos, cuando se disponga de un número adecuado de resultados, el laboratorio completará el estudio de la exactitud comparando los resultados obtenidos con el método analítico que se quiere validar con los proporcionados por el organismo BIPEA, mediante un estudio de regresión, tomando como variable independiente los valores de BIPEA y como variable dependiente los valores obtenidos mediante el refractómetro, y los intervalos de confianza asociados a la recta.

Una vez obtenidos los resultados de la validación y las verificaciones es necesario elaborar un informe para cada uno de los métodos de ensayo, además de redactar su correspondiente procedimiento. Estos documentos se deben entregar a ENAC en el momento de solicitar la auditoría de acreditación.

CONCLUSIONES

La actualización del SGC está otorgando a LABMIEL la documentación necesaria para estar en posición de solicitar a la Entidad Nacional de Acreditación la auditoría de acreditación de la norma ISO 17025:2017.

Los resultados obtenidos hasta el momento con relación a la validación y a las verificaciones de los métodos están siendo satisfactorios, pero es necesario obtener más datos para concluir los cálculos necesarios y poder acreditar los métodos analíticos.

La acreditación de los métodos del LABMIEL permitirá aumentar la confianza de los clientes en relación a los resultados generados en el laboratorio lo que supondrá una oportunidad de mejora para su posicionamiento en el sector de la miel y un aumento de nicho de mercado.

AGRADECIMIENTOS

A mis directoras, Isabel Escriche y Marisol Juan por la oportunidad de realizar este trabajo y poder completar al máximo nivel mi formación.

A Mario Visquert por su apoyo y ayuda, además de darme “mi primera oportunidad”.

Agradecer a toda la gente que formó parte del Máster de Gestión de la Seguridad y Calidad Alimentaria, desde profesores y cada uno de mis compañeros (no nombro a nadie ya que la lista sería infinita), cada uno me ha aportado algo muy especial a lo largo de este año.

A mi familia de Almansa, al igual que a los “valencianos” y toda su familia, por hacerme sentir como en casa desde el primer día.

A Jose, por aquellas interminables madrugadas compadeciéndonos de quién tenía más trabajos por hacer.

Y a Raquel, por hacer fácil lo difícil.

Por último a mis padres, por apoyarme económicamente y darme la oportunidad de formarme lejos de casa.

A todos, gracias

REFERENCIAS

BOE (1986). ‘Orden, de 12 de junio de 1986, por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis para la miel’, *Boe*, 145, pp. 22195–22202.

BOE (2003). Real Decreto 140/2003. ‘BOE-A-2003-3596-consolidado’, pp. 1–45.

Entidad Nacional de Acreditación (n.d.). *Portal ENAC* [en línea]. Dirección URL: <<https://www.enac.es/web/enac>> [Consulta: 25 Julio 2019].

Health, D. G. and Protection, C. (2019) ‘Technical Active Substance and Plant protection products: Guidance for generating and reporting methods of analysis in support of pre- and post-registration data requirements for Annex (Section 4) of Regulation (EU) No 283 / 2013 and Annex (Section 5) of Regulation Guidance document’, (283), pp. 1–21.

International Honey Commission (2018). *International Honey Commission: IHC* [en línea]. Dirección URL: <<http://www.ihc-platform.net/>>. [Consulta: 25 Julio 2019].

UNE-EN ISO 9000:2015, Sistemas de gestión de la calidad, Fundamentos y vocabulario. Asociación Española de Normalización y Certificación [AENOR]. Madrid, España. 2015.

UNE-EN ISO 17025:2017 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. Asociación Española de Normalización y Certificación [AENOR]. Madrid, España. 2017.