

|   |   |  |
|---|---|--|
|  | MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL             | CODIGO: MA-P-002<br>VERSIÓN: 10<br>FECHA: 13-09-2021 |
|   | PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS | Página 1 de 13                                       |

## 1. OBJETIVO:

Realizar la revisión sistemática, el seguimiento de la validez de los ensayos y especificar el sistema que asegure que los equipos de medición que puedan afectar la calidad de los resultados sean ajustados, calibrados y/o verificados, y registrar los datos evidenciando las tendencias, y cuando sea posible aplicar técnicas estadísticas para la revisión de los resultados, evitando toda posibilidad de ocurrencia de aquella situación que pueda afectar el desarrollo normal de las funciones de la entidad y el logro de sus objetivos.

## 2. ALCANCE:

Inicia con la revisión sistemática, planificación del seguimiento, control metrológico de los equipos del laboratorio ambiental de CORPOGUAJIRA, con el uso regular de materiales de referencia o controlados internamente, con las comparaciones Inter laboratorios, la repetición de ensayos, la correlación de los resultados para diferentes características de un ítem hasta la toma de acciones planificadas para corrección de problemas y evitar consignar resultados incorrectos.

## 3. RESPONSABLES:

Profesional Especializado grado 19 (DT: Director Técnico), Profesional Especializado Grado 12 (HS: Aseguramiento Metrológico e Higiene y Seguridad), Profesional Universitario Grado 11 (RC: Responsable de Calidad, AN), Técnicos Operativos Grado 15 (AN: Analistas), Contratistas (AN) y Pasantes (AN) del laboratorio ambiental de Corpoguajira.

## 4. DEFINICIONES:

**AJUSTE:** Conjunto de operaciones efectuadas en un sistema de medición, de modo que este proporcione indicaciones prescriptas correspondientes a los determinados valores de una magnitud a ser medida<sup>1</sup>

**ANALITO:** Elemento, compuesto o componente que se analiza.

**ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD:** Plan definitivo para las operaciones de laboratorio que especifica las medidas utilizadas para producir datos con precisión y sesgo conocidos.

**BLANCO DE REACTIVOS (BLANCO DE MÉTODO - B):** Consiste en agua grado reactivo y todos los reactivos (incluyendo preservantes) que normalmente están en contacto durante todo el proceso analítico.

**BLANCO FORTIFICADO DE LABORATORIO (PATRÓN - BFL):** Muestra de agua grado reactivo (con conservantes asociados) a la que se le ha agregado una concentración conocida del analito de interés.

**CALIBRACIÓN:** Una serie de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre valores de la cantidad indicada por un instrumento de medición o sistema de medida, o valor representado por un material de referencia, y el valor correspondiente al patrón<sup>2</sup>

**CARTA DE CONTROL:** Es un registro gráfico que muestra los resultados de los controles de calidad a lo largo del tiempo para demostrar el control estadístico de un proceso analítico y para detectar cambios aparentes en el proceso analítico que pueden erosionar dicho control.

<sup>1</sup> Vocabulario Internacional de Metroología (VIM)

<sup>2</sup> Idem

|  |  |                                  |
|--|--|----------------------------------|
| <br><b>Corpoguajira</b> | <b>MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL</b>             | CODIGO: MA-P-002                 |
|  | <b>PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS</b> | VERSION: 10<br>FECHA: 13-09-2021 |
|  |  | Página 2 de 13                   |

**CONTROL DE CALIDAD:** Conjunto de medidas utilizadas durante un método analítico para garantizar que el proceso se encuentre dentro de los parámetros de control especificados.

**DUPLOCADO:** Es otra alícuota de la misma muestra, tomada cuando la muestra ha sido homogenizada convenientemente.

**EVALUACIÓN DE LA CALIDAD:** Procedimiento para determinar la calidad de las mediciones de laboratorio a través de datos de medidas de control de calidad internas y externas.

**EXACTITUD:** Estimación de qué tan cerca está un valor medido del valor real; incluye expresiones de sesgo y precisión.

**LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO (LCM):** Concentración del analito que produce una señal suficientemente más fuerte que la del blanco, de manera que puede detectarse con un nivel de confiabilidad específico durante las operaciones de rutina.

**LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO (LDM):** La concentración de constituyente que, cuando se procesa a través de todo el método, produce una señal que tiene un 99% de probabilidad de ser diferente del blanco.

**MANTENIMIENTO:** Conjunto de actividades técnico-administrativas cuyo único objetivo es incrementar la vida útil de un bien al mínimo costo.

**MATERIAL DE REFERENCIA (MR):** Puede ser cualquier material usado como referencia, se incluyen reactivos de pureza conocida, reactivos industriales, entre otros. La propiedad o analito de interés debe ser estable y homogénea, pero el material no necesita tener el alto nivel de caracterización, trazabilidad y certificación asociados a un material de referencia certificado.

**MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO (MRC):** Los valores caracterizados están certificados con una incertidumbre establecida por una institución reconocida.

**MATRIZ FORTIFICADA DE LABORATORIO (MFL):** Muestra real a la que se le adiciona una cantidad conocida del analito de interés antes de la preparación de la muestra. Sirve para calcular el porcentaje de recuperación del analito.

**PROGRAMA DE ASEGURAMIENTO METROLOGICO (PAM):** Conjunto de actividades realizadas para garantizar la confiabilidad metrológica de los equipos del laboratorio.

**PRUEBAS DE APTITUD O COMPARACIONES INTER LABORATORIO:** Evaluaciones que se practican mediante el procesamiento de muestras certificadas de origen externo, las cuales son analizadas simultáneamente por otros laboratorios.

**RANGO:** La diferencia de los valores más grande y pequeño en una operación.

**RECUPERACIÓN (R):** Recobro de la fracción de analito de interés añadido a una muestra natural.

**REPETIBILIDAD:** Es una medida de la variabilidad en los resultados cuando una medición se lleva a cabo por un solo analista utilizando el mismo equipo en un corto plazo de tiempo.

**RÉPLICA:** Es otra muestra que se toma en el mismo punto y casi en el mismo tiempo, pero que va en otra botella de muestreo.

|  |  |  |
|--|--|--|
| <br><b>Corpoguajira</b> | <b>MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL</b>             | CODIGO: MA-P-002<br>VERSION: 10<br>FECHA: 13-09-2021 |
|  | <b>PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS</b> | Página 3 de 13                                       |

**REPRODUCIBILIDAD:** Es una medida de precisión de los datos obtenidas al medir repetidamente una muestra al tiempo que permite o requiere fuentes seleccionadas (instrumento, analista, laboratorio o día) que afecten los resultados.

**SESGO:** Desviación constante de los valores medidos con respecto al valor real, causada por errores sistemáticos en un procedimiento.

**VERIFICACIÓN:** Confirmación mediante examen y aportes de evidencia objetiva de que se han cumplido requisitos especificados<sup>3</sup>.

## 5. DOCUMENTOS DE REFERENCIA:

NTC ISO/IEC 17025; Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (SM); EuraChem La Adecuación al Uso de los Métodos Analíticos; Vocabulario Internacional de Metrología (VIM); ISO 8402.

## 6. PROCEDIMIENTO:

El seguimiento de la validez de los datos generados y reportados en el laboratorio ambiental de CORPOGUAJIRA, incluye los siguientes elementos:

### 6.1. REVISIÓN SISTEMATICA

| No | DESCRIPCION  | RESPONSABLE               | DOCUMENTOS/REGISTROS  |
|----|--|---------------------------|---|
| 1  | Verificar el equipo que tenga influencia sobre los resultados, conforme al procedimiento específico.   | AN                        | Datos para análisis respectivo, Plan de muestreo.                                 |
| 2  | Los datos generados deben ser analizados y, si no satisfacen los criterios predefinidos, se deben tomar las acciones planificadas para corregir el problema y evitar consignar resultados incorrectos. | AN<br>DT                  | Cartas de control y Datos para análisis respectivo                                |
| 3  | Adquirir material volumétrico clase A, reactivos grado analítico o con la pureza requerida según se señale en el protocolo del método analítico.   | DT                        | Contratos de suministro e Inspección de entrada reactivos, materiales y/o equipos |
| 4  | Verificar la concentración de las soluciones usadas de acuerdo con la periodicidad establecida en el protocolo del método analítico a realizar.  | AN                        | Datos para análisis respectivo  |
| 5  | Usar agua desionizada y/o destilada según se especifique en el protocolo del método analítico a realizar.  | AN                        | Protocolo respectivo.   |
| 6  | Cumplir las actividades del programa de aseguramiento metrológico (PAM) de equipos, con la periodicidad estipulada.  | HS, DT, AN<br>Contratista | PAM, Reporte de mantenimiento y/o Certificado de calibración y/o Verificación     |

<sup>3</sup> ISO 8402

|  |                                      |                   |
|--|--------------------------------------|-------------------|
| <br><b>Corpoguajira</b> | <b>MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL</b> | CODIGO: MA-P-002  |
|  |                                      | VERSION: 10       |
|  |                                      | FECHA: 13-09-2021 |
| <b>PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS</b>   |                                      | Página 4 de 13    |

## 6.2. DEMOSTRACIÓN INICIAL DE CAPACIDAD (DIC)

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE | DOCUMENTOS/REGISTROS           |
|----|---|-------------|--------------------------------|
| 1  | Analizar todos los estándares de calibración requeridos por el ensayo.  | AN Nuevo    | Datos para análisis respectivo |
| 2  | Analizar como mínimo, un blanco de reactivos (B) y cuatro blancos fortificados de laboratorio (BFL) a una concentración entre 10 veces el límite de detección del método (LDM) y el punto medio del rango de trabajo.   | AN Nuevo    | Datos para análisis respectivo |
| 3  | Asegurar que el B no supera, el analito de interés, en la mitad del límite de cuantificación (LCM) y que la precisión (CV) y la exactitud (%R) calculados para los BFL están dentro de los criterios de aceptación: CV ≤10% (para DBO y ensayos microbiológicos (MB) ≤30%) y %R entre 80% a 120% (para DBO 198±30 mg/L y para MB 70% a 130%), si no hay otros criterios establecidos. | DT          | Datos para análisis respectivo |
| 4  | Autorizar un ensayo, a un analista nuevo, cuando obtenga resultados satisfactorios de DIC.  | DT          | Autorizaciones                 |

## 6.3. PRUEBAS DE APTITUD O COMPARACIONES INTERLABORATORIO

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE | DOCUMENTOS/REGISTROS  |
|----|---|-------------|---|
| 1  | Seleccionar e inscribir las pruebas, teniendo en cuenta que los métodos sean apropiados para el tipo de ensayos que se realizan.  | DT          | Inscripción en pruebas de evaluación del desempeño                |
| 2  | Anualmente, participar en pruebas de evaluación del desempeño.  | AN          | Resultados de pruebas de evaluación del desempeño                 |
| 3  | Si se producen fallas (Resultados No Conformes), tomar medidas correctivas y analizar, si es posible, la muestra o el MR de la prueba de desempeño respectiva hasta lograr resultados aceptables. | RC, DT y AN | Datos de análisis respectivo y/o registro de acciones correctivas |

## 6.4. CONTROLES PREVENTIVOS DE LIMPIEZA DE MATERIALES

| No | DESCRIPCION  | RESPONSABLE | DOCUMENTOS/REGISTROS            |
|----|--|-------------|---------------------------------|
| 1  | Lavar el material según los requisitos establecidos (Ver: Instructivo MA-I-015).   | AN          | Instructivo Lavado de material  |
| 2  | Dejar el material lavado en los mesones y estantes para secado y verificación de la calidad del lavado.  | AN          |                                 |
| 3  | Hacer chequeos (Aleatorios, según instructivo MA-I-015) para verificar que el lavado de material se hizo conforme a los requisitos específicos establecidos. | HS ó RC     | Verificación lavado de Material |
| 4  | Rechazar el material o lote del material verificado No Conforme en el chequeo de lavado.   | HS ó RC     | Verificación lavado de material |
| 5  | En caso de aceptación del material o lote del material verificado se guarda en los estantes y gabinetes correspondientes para material limpio.               | HS, RC ó AN |                                 |
| 6  | Usar los materiales ubicados en los estantes y gabinetes para material limpio y no los ubicados en los mesones.  | AN          |                                 |

|  |                                      |                   |
|--|--------------------------------------|-------------------|
| <br><b>Corpoguajira</b> | <b>MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL</b> | CODIGO: MA-P-002  |
|  |                                      | VERSION: 10       |
|  |                                      | FECHA: 13-09-2021 |
| <b>PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS</b>   |                                      | Página 5 de 13    |

## 6.5. CONTROLES PARA EL SEGUIMIENTO DE LOS METODOS DE ENSAYO FISICOQUIMICOS

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE | DOCUMENTOS/REGISTROS                              |
|----|---|-------------|---|
| 1  | Verificar parámetros característicos del ensayo según lo indicado en el procedimiento MA-P-008.   | AN y DT     | Informe de validación                             |
| 2  | En los ensayos que aplique, después de analizar el estándar de control y antes de analizar la(s) muestra(s), analizar un B para el lote de muestras a analizar en un día, para verificar la limpieza del sistema  | AN          | Datos para análisis respectivo                    |
| 3  | Continuar con el ensayo: Si el B es < LDM y los resultados de la muestra son > LCM.   | AN          | Datos para análisis respectivo                    |
| 4  | Indique en los resultados que el analito fue detectado en el blanco: Si LCM > B > LCM/2 y los resultados de la muestra son mayores que el LCM.  | AN          | Datos para análisis respectivo                    |
| 5  | Tomar acciones correctivas: Si el B > LCM (Las muestras analizadas con un B contaminado deben volverse a analizar a menos que las concentraciones sean 10 veces superiores a las del B, las concentraciones no sean detectadas o el usuario acepte los datos calificados) | AN<br>DT    | Datos para análisis respectivo                    |
| 6  | Analizar por duplicado una de las muestras o un duplicado de MFL, si aplica, para el lote de muestras a analizar en un día.   | AN          | Datos para análisis respectivo                    |
| 7  | Cuando el valor de una o ambas muestras duplicadas es $\leq$ LCM, usar el LCM como límite de control para el porcentaje de recuperación y los resultados duplicados no se utilizan para medir la precisión.   | AN          | Datos para análisis respectivo y carta de control |
| 8  | Calcular el error según la siguiente ecuación:<br>$\%Error\ Duplicado = \left  \frac{(D_1 - D_2)}{\frac{(D_1 + D_2)}{2}} \right  * 100.$  | AN          | Datos para análisis respectivo                    |
| 9  | Si el error supera el 10% o el específico que esté definido para el ensayo (Para DBO 30%, turbiedad 5% y ensayos en campo 2%), seguir las indicaciones del numeral 6.10 de este procedimiento.  | AN          | Carta de control de duplicados                    |
| 10 | En los ensayos que aplique, analizar BFL, MR ó MRC y comparar contra cartas de recobro; calcular la recuperación según la siguiente ecuación:<br>$\%Recuperación = \frac{valor\ medido}{valor\ real} * 100.$  | AN          | Datos para análisis respectivo                    |
| 11 | Asegurar que la recuperación esté entre 80% a 120% o en el criterio establecido para el ensayo, de no ser así, seguir las indicaciones del numeral 6.10 de este procedimiento.  | AN          | Carta de control de patrones                      |
| 12 | Rotar las concentraciones de BFL, cuando aplique, para cubrir diferentes secciones del intervalo de trabajo.  | AN<br>DT    | Registro de datos para análisis respectivo        |
| 13 | Si los resultados del BFL están fuera de control (Ver numeral 6.10 de este procedimiento), tomar las  | AN<br>DT    | Registro de datos para análisis respectivo y      |

**MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL**

CÓDIGO: MA-P-002

VERSIÓN: 10

FECHA: 13-09-2021

**PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS**

Página 6 de 13

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE | DOCUMENTOS/REGISTROS                       |
|----|---|-------------|--|
|    | medidas correctivas incluida la preparación y el nuevo análisis de las muestras asociadas, si es necesario.   |             | cartas de control de patrones              |
| 14 | Realizar, en los ensayos que aplique y para el lote de muestras, una recuperación (R) de adiciones conocidas. La adición debe ser de al menos 10 veces el LDM, menor o igual al punto medio de la curva de calibración o el indicado en el método; reportar %R sobre muestras reales como:<br><br>$\%R = \left[ \frac{C_{MF}x(V_A + V_M) - (C_MxV_M)}{C_AxV_A} \right] X 100$<br>Donde:<br>C <sub>MF</sub> = Concentración de la muestra fortificada,<br>C <sub>M</sub> = Concentración de la muestra real,<br>C <sub>A</sub> = Concentración del estándar adicionado,<br>V <sub>M</sub> = Volumen de la muestra real,<br>V <sub>A</sub> = Volumen del estándar adicionado. | AN          | Datos para análisis respectivo             |
| 15 | Asegurar que la recuperación esté entre 80% a 120% o dentro del criterio establecido para el ensayo, de no ser así, seguir las indicaciones del numeral 6.10 de este procedimiento.   | AN          | Carta de control de fortificados           |
| 16 | Si una MFL es factible y el método no especifica los requisitos de frecuencia, incluir al menos una MFL con cada lote de muestras. Utilizar la misma concentración que para el BFL para permitir separar el efecto de la matriz, del desempeño del laboratorio.   | AN          | Registro de datos para análisis respectivo |
| 17 | Preparar la MFL a partir de la misma fuente de referencia utilizada para el BFL.  | AN          | Registro de datos para análisis respectivo |
| 18 | Analizar las réplicas de muestras que ingresen al laboratorio. Calcular el error según la siguiente ecuación:<br><br>$\%Error\ Replica = \left  \frac{(M-R)}{M} \right  * 100.$<br>Donde:<br>M = Concentración de la muestra,<br>R = Concentración de la réplica.   | AN          | Datos para análisis respectivo             |
| 19 | Asegurar que el error no supera el 20% o el específico que esté definido para el ensayo, de no ser así, seguir las indicaciones del numeral 6.10 de este procedimiento.   | AN          | Carta de control de replicas               |
| 20 | Calibrar el método o estandarizar reactivos de valoración utilizando las instrucciones del protocolo.   | AN          | Registro de datos para análisis respectivo |
| 21 | Verificar los reactivos de titulación estandarizados re-estandarizando periódicamente. Re-estandarizar los reactivos una vez al mes o cuando se produzca un almacenamiento inadecuado. Si la normalidad del   | AN          | Registro de datos para análisis respectivo |

|   |                               |  |
|---|-------------------------------|--|
|  | MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL | CODIGO: MA-P-002<br>VERSION: 10<br>FECHA: 13-09-2021 |
| PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS   |                               | Página 7 de 13                                       |

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE | DOCUMENTOS/REGISTROS                       |
|----|---|-------------|--|
|    | reactivo de valoración (valor del titulante) ha cambiado, utilizar el valor medido, ajustar la normalidad (valor del titulante) como describe el protocolo, o preparar y normalizar el reactivo de valoración fresco según sea necesario. |             |  |
| 22 | Cuando aplique (Ver tablas 4020:I y 5020:I del SM), con cada lote de muestras, analizar una muestra de agua grado reactivo enriquecida con LCM  | AN          | Registro de datos para análisis respectivo |
| 23 | Asegurar que los resultados de LCM alcancen una recuperación de 50% a 150%. Si no es así, volver a analizar todo el lote o marcar los resultados de todas las muestras del lote.  | AN          | Registro de datos para análisis respectivo |

#### 6.6. CONTROLES PARA EL SEGUIMIENTO DE LOS METODOS DE ENSAYO MICROBIOLOGICOS

| No | DESCRIPCION  | RESPONSABLE | DOCUMENTOS/REGISTROS  |
|----|--|-------------|---|
| 1  | Analizar un B para el lote de muestras a analizar en un día, para verificar la esterilidad del sistema   | AN          | Datos para análisis microbiológico                                |
| 2  | <p>Llevar gráfico de rangos para el logaritmo de los duplicados de las primeras 15 muestras positivas de cada tipo de matriz. Si cualquiera de un conjunto de resultados duplicados es &lt;1, agregue 1 a ambos valores antes de calcular los logaritmos.</p> <p>Utilizar (<math>LCS: 1,652 * \bar{R}</math>) y (<math>LCI: 0,348 * \bar{R}</math>).</p> <p>Si el rango R es <math>&gt;3,27 * \bar{R}</math>, existe la probabilidad mayor al 99% de que la variabilidad del laboratorio sea excesiva, por lo tanto, descarte todos los resultados analíticos e identifique y resuelva el problema analítico antes de hacer análisis adicionales.</p> <p>Donde</p> $\bar{R} = \left( \sum_i \left  \log(D_1) - \log(D_2) \right  \right) / 15$ <p>D1 y D2 = Duplicados de las muestras</p> | AN<br>DT    | Carta de Control de duplicados/Datos para análisis microbiológico |
| 3  | <p>Analizar las réplicas de muestras que ingresen al laboratorio y llevar gráfico con el logaritmo de los análisis. Si cualquiera de un conjunto de resultados es &lt;1, agregue 1 a ambos valores antes de calcular los logaritmos.</p> <p>Calcular el error según la siguiente ecuación:</p> $\%Error\ Replica = \left  \frac{\log M - \log R}{\log M} \right  * 100.$   | AN<br>DT    | Datos para análisis microbiológico                                |

|   |   |  |
|---|---|--|
|  | MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL             | CODIGO: MA-P-002<br>VERSION: 10<br>FECHA: 13-09-2021 |
|   | PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS | Página 8 de 13                                       |

| No | DESCRIPCION  | RESPONSABLE | DOCUMENTOS/REGISTROS         |
|----|--|-------------|------------------------------|
|    | Donde:<br>M = Resultado del análisis de la muestra,<br>R = Resultado del análisis de la réplica.                       |             |                              |
| 4  | Asegurar que el error no supera el 50%, de no ser así, seguir las indicaciones del numeral 6.10 de este procedimiento. | AN          | Carta de control de replicas |

## 6.7. SUPERVISIÓN, CONTROL Y REGISTRO DE RESULTADOS

| No | DESCRIPCION  | RESPONSABLE                  | DOCUMENTOS/REGISTROS   |
|----|--|------------------------------|--|
| 1  | Para el caso de las validaciones y/o pruebas de desempeño, revisar los resultados y aplicar, en caso de dudas o valores sospechosos, los criterios de rechazo para valores aberrantes; así: Ordenar los datos de menor a mayor ( $x_1, x_2, \dots, x_n$ ) y calcular la desviación estándar y media, entonces, calcule el estadístico T usando la prueba de discordancia para valores atípicos:<br>$T = \frac{(x_H - \bar{x})}{s} \text{ para valores altos}$ $T = \frac{(\bar{x} - x_L)}{s} \text{ para valores bajos}$ Luego, compare T con el valor de la tabla 1010:1 del SM para un nivel de significancia del 5% para el número de mediciones (n). Si T es mayor que ese valor, entonces rechace $x_H$ o $x_L$ por ser un valor atípico. | AN ó DT                      | Informe de validación y/o Datos para análisis respectivo.                |
| 2  | Guardar los certificados de análisis de los materiales de referencia por lo menos tanto tiempo como se utilice el material.  | HS ó DT                      | Certificados materiales de referencia                                    |
| 3  | Asegurar que las calibraciones sean trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI).   | DT ó HS                      | Certificado de calibración   |
| 4  | Verificar que, en su certificado los materiales de referencia muestren ser trazables al SI.  | HS ó DT                      | Certificado de referencia  |
| 5  | Asegurar, cuando sea necesario, que se utiliza servicios de calibración externos y estos sean provistos por laboratorios que puedan demostrar su competencia y su capacidad de medición y trazabilidad.  | DT                           | Certificado de calibración   |
| 6  | Elaborar y actualizar el programa de aseguramiento metrológico del laboratorio (PAM).  | DT o HS                      | PAM  |
| 7  | Ejecutar los controles de aseguramiento metrológico de los equipos dentro del periodo programado.  | AN y/o contratistas externos | Verificación y/o Certificado de calibración                              |
| 8  | Almacenar los registros de verificación, calibraciones, ajustes y/o fuera de uso de los equipos en la carpeta de la Hoja de Vida de Equipos.   | RC, AN y HS                  | Ajuste, Certificado de calibración, Verificación y/o Equipo fuera de uso |
| 9  | Identificar el equipo o su empaque (caso de equipos muy pequeños) con la fecha de la próxima calibración   | HS y/o contratistas externos | Etiqueta fechada   |

|   |   |  |
|---|---|--|
|  | MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL             | CODIGO: MA-P-002<br>VERSION: 10<br>FECHA: 13-09-2021 |
|   | PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS | Página 9 de 13                                       |

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE | DOCUMENTOS/REGISTROS           |
|----|---|-------------|--------------------------------|
| 10 | Rotular los equipos con los puntos calibrados y sus respectivas correcciones, si son necesarias.  | HS          | Rótulo en equipos.             |
| 11 | <p>Cuando se deban realizar correcciones de puntos intermedios dentro del rango de calibración, estas se harán aplicando la fórmula de interpolación lineal.</p> $y = \frac{(x - x_1)}{(x_2 - x_1)} (y_2 - y_1) + y_1$ <p>Donde x es el valor reportado por el equipo, x1 el valor inferior calibrado y x2 el valor superior; y1 la corrección para x1 y y2 la corrección para x2. Registrar en el formato de ensayos el dato corregido.<br/>           Nota: El valor a reportar del dato corregido no podrá ser más exacto que el permitido por la resolución del equipo.</p> | AN          | Datos para análisis respectivo |

#### 6.8. TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES, VERIFICACIÓN, AJUSTE Y CALIBRACIÓN DE EQUIPOS

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE            | DOCUMENTO/REGISTRO                               |
|----|---|------------------------|--|
| 1  | Al ingresar los equipos nuevos al laboratorio, realizar la Hoja de Vida del equipo.   | HS                     | Hoja de Vida de equipos                          |
| 2  | Verificar el funcionamiento del equipo o su estado de calibración antes de su uso.  | AN o HS                | Certificado de calibración y/o Verificación      |
| 3  | Exigir los mismos requisitos para la trazabilidad por medio de materiales de referencia certificados, métodos acordados y/o normas consensuadas, cuando la trazabilidad de las mediciones a las unidades del SI no sea posible y/o no sea pertinente.   | DT                     | Certificado de calibración                       |
| 4  | Ejecutar los controles de aseguramiento metrológico de los equipos dentro del periodo programado.   | HS, AN y/o contratista | Verificación y/o calibración de equipos.         |
| 5  | Antes de iniciar la jornada (Por día) de operación del equipo, en el laboratorio o en campo, verificarlo y ajustarlo si es necesario. (Tener a la mano el instructivo y/o manual del equipo).   | AN                     | Plan de muestreo, Datos para análisis respectivo |
| 6  | <p>Realizar las verificaciones intermedias del equipamiento cuando el ensayo lo requiera; en el caso de las balanzas, verificar la nivelación y su correcto funcionamiento con una pesa certificada.</p> <p>Al usar hornos, incubadoras, termoreactor y demás equipos que necesiten verificación de temperatura, realizar esta comprobación insertando el sensor de la termocupla en el equipo, donde se ubiquen las muestras o el espacio diseñado para esta, dejar estabilizar y leer.</p> <p>Cuando el material volumétrico pueda proporcionar incertidumbre al ensayo, realizar la verificación de este dispensando agua destilada y midiendo su peso en una balanza.</p> | AN                     | Plan de muestreo, Datos para análisis respectivo |

|  |  |                   |
|--|--|-------------------|
| <br><b>Corpoguajira</b> | <b>MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL</b>             | CODIGO: MA-P-002  |
|  |  | VERSION: 10       |
|  |  | FECHA: 13-09-2021 |
|  | <b>PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS</b> | Página 10 de 13   |

| No | DESCRIPCION  | RESPONSABLE | DOCUMENTO/REGISTRO |
|----|--|-------------|--------------------|
|    | Los equipos como multiparámetros y espectrofotómetros deben verificarse mediante la medición de MRC. |             |                    |

#### 6.9. CONTROL, MANEJO, ALMACENAMIENTO Y USO DE EQUIPOS Y MATERIAL DE REFERENCIA

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE                 | DOCUMENTO/REGISTRO  |
|----|---|-----------------------------|---|
| 1  | Los materiales de referencia y los equipos se deben transportar cuidadosamente, para evitar que sufran desajustes y deterioro (Asegurando que no exista movilidad de las piezas, que se conserve la integridad y la de sus partes). Tener en cuenta las indicaciones del fabricante en caso de viajes largos. Si no se cuenta con los empaques originales, adecuar similares. | HS ó AN                     |   |
| 2  | Realizar el almacenamiento y conservación de los materiales de referencia, en neveras, incubadoras o en la bodega de reactivo, de acuerdo con las indicaciones del fabricante, por ejemplo: refrigerado, en la oscuridad, en un lugar seco, etc.  | HS ó AN                     | Fichas técnicas de materiales y reactivos                       |
| 3  | Hacer inducción al personal nuevo o en formación en el manejo y uso de equipos.   | DT y/o AN                   | Inducción, reintroducción y/o formación específica              |
| 4  | Hacer inducción para el uso de nueva tecnología de equipos  | DT y/o proveedor del equipo | Inducción, reintroducción y/o formación específica del personal |
| 5  | Autorizar el uso de equipos, si es demostrada la competencia.   | DT                          | Autorizaciones  |
| 6  | Si el equipo presenta alguna falla técnica, se encuentra por fuera de especificaciones o no se ha realizado la calibración programada se debe etiquetar como " <b>Equipo fuera de Uso</b> "; hasta que se haga calibración y/o verificación de su correcto funcionamiento.  | Todos los funcionarios      | Equipo fuera de uso   |

#### 6.10. CARTAS DE CONTROL Y ANÁLISIS DE TENDENCIAS

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE | DOCUMENTO/REGISTRO                                |
|----|---|-------------|---|
| 1  | Llevar los gráficos de control correspondientes, según apliquen al ensayo   | AN, HS y DT | Cartas de Control                                 |
| 2  | <b>Si una (1) medición supera un LC:</b> Repetir el análisis, si es posible, de lo contrario incluir el control en el análisis de la(s) muestra(s) siguiente(s). Si la medida repetida o siguiente está dentro del LC, continuar los análisis; si es superior al LC deje de realizar el análisis y corrija el problema. | AN DT       | Carta de control respectiva y/o acción correctiva |
| 3  | <b>Si tres (3) de cuatro (4) puntos sucesivos superan un LP, en un lado de la gráfica:</b> Evaluar el sesgo potencial y corregir el problema.   | AN DT       | Carta de control respectiva y/o acción correctiva |
| 4  | <b>Si cinco (5) de seis (6) puntos sucesivos exceden una desviación estándar o están en la disminución o el orden creciente, en un lado de la gráfica:</b> Deje de analizar y corrija el problema.  | AN DT       | Carta de control respectiva y/o acción correctiva |

|  |                                      |                          |
|--|--------------------------------------|--------------------------|
| <br><b>Corpoguajira</b> | <b>MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL</b> | <b>CODIGO: MA-P-002</b>  |
|  |                                      | <b>VERSION: 10</b>       |
|  |                                      | <b>FECHA: 13-09-2021</b> |
| <b>PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS</b>   |                                      | Página 11 de 13          |

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE | DOCUMENTO/REGISTRO                                |
|----|---|-------------|---|
| 5  | <b>Si siete (7) puntos sucesivos están en el mismo lado de la línea central:</b> Descontinuar el análisis y corregir el problema. | AN<br>DT    | Carta de control respectiva y/o acción correctiva |

## 6.11. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

| No | DESCRIPCION   | RESPONSABLE     | DOCUMENTO/REGISTRO             |
|----|---|-----------------|--------------------------------|
| 1  | Emplear el Sistema Internacional de Unidades (SI) y no hacer redondeo de cifras en cálculos intermedios ni en reportes de lecturas instrumentales.  | AN, HS, RC y DT | Datos para análisis respectivo |
| 2  | En el dato final de valores calculados, reportar en mg/L con dos (2) cifras significativas para valores < 99 y tres cifras significativas para los valores > 99 y < 999 y así sucesivamente. (Reglas: 1. Cualquier dígito que sea diferente de cero es significativo, 2. Los ceros ubicados entre otros dígitos son significativos, 3. Los ceros a la izquierda del primer dígito diferente de cero NO son significativos y 4. Para un número mayor que 1, todos los ceros a la derecha de la coma decimal cuentan como cifras significativas). | AN, HS, RC y DT | Datos para análisis respectivo |
| 3  | Para redondear se eliminan los dígitos que no son significativos. Si se elimina un dígito de valor 6, 7, 8 o 9, se aumenta el dígito precedente en una unidad. Si se elimina un dígito de valor 1, 2, 3 o 4, no se altera el dígito precedente. Si se elimina el dígito 5, se redondea el dígito precedente al número par más próximo (Ejemplo: 5,45 se convierte en 5,4 y 3,75 en 3,8)   | AN, HS, RC y DT | Datos para análisis respectivo |
| 4  | Utilizar la coma "," para expresar números decimales  | AN, HS, RC y DT | Datos para análisis respectivo |

|   |  |  |
|---|--|--|
|  | <b>MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL</b>             | CODIGO: MA-P-002<br>VERSION: 10<br>FECHA: 13-09-2021 |
|   | <b>PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS</b> | Página 12 de 13                                      |

| VERSIÓN | FECHA                    | DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO   |
|---------|--------------------------|--|
| 1       | 30 de agosto de 2010     | Creación del documento.  |
| 2       | 30 de noviembre de 2011  | Cambio de formato del procedimiento.   |
| 3       | 10 de enero de 2014      | Cambio en el formato del procedimiento e inclusión de las definiciones.  |
| 4       | 08 de Julio de 2015      | Inclusión de forma de identificar equipos que requieren factores de corrección, de manejo, transporte, almacenamiento y uso de los patrones y material de referencia, responsable del procedimiento, documentos de referencia y cambio de codificación.  |
| 5       | 6 de noviembre de 2015   | Documentar como un nuevo analista puede demostrar capacidad inicial (6.2) e Inclusión de directrices para la elaboración de cartas de control y el análisis de tendencias (6.10).  |
| 6       | 10 de noviembre de 2016  | Inclusión de criterios de aceptación para duplicados, fortificados y demás controles para supervisión de los analistas.  |
| 7       | 30 de enero de 2018      | Ajuste del numeral 6.10 indicando el registro donde se llevará la evidencia de cartas de control y análisis de tendencias e inclusión de nuevas definiciones y del numeral 6.11 “Expresión de resultados”.   |
| 8       | 3 de agosto de 2018      | Inclusión en el numeral 6.10 de la forma de construcción de gráficos de rangos para duplicados de ensayos microbiológicos y el criterio de precisión.  |
| 9       | 16 de junio de 2019      | Actualización de numerales 4 (Definiciones), 5 (Documentos de referencia) y 6 (Procedimiento), según versión 23 de SM  |
| 10      | 13 de septiembre de 2021 | Ajuste a especificaciones del SM y fusión con el procedimiento MA-P-001<br>1. Ajuste del objetivo y del alcance,<br>2. Eliminación de la definición Muestra de control,<br>3. Inclusión de las definiciones de Ajuste, Analito, Calibración, Exactitud, Mantenimiento, Programa de aseguramiento metrológico, Rango, Recuperación, Sesgo y Verificación,<br>4. Inclusión en los documentos de referencia de Vocabulario internacional de Metrología e ISO 8402<br>5. En el numeral 6.2 correr el paso 1 a paso 4 e inclusión del nuevo paso 1.<br>6. En el numeral 6.4 inclusión del instructivo MA-I-015,<br>7. Cambio del título del numeral 6.5 e inclusión del control de blancos y ecuaciones de recuperación de patrones, de recuperación de fortificados y de error de réplicas,<br>8. Inclusión del numeral 6.6 de controles para el seguimiento de los métodos microbiológicos. |

|   |   |  |
|---|---|--|
|  | MEDICIÓN Y ANALISIS AMBIENTAL             | CODIGO: MA-P-002<br>VERSION: 10<br>FECHA: 13-09-2021 |
|   | PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD DE DATOS | Página 13 de 13                                      |

### CONTROL DE CAMBIOS

| APROBACIÓN DEL DOCUMENTO |  |  |
|--------------------------|--|--|
| Acción                   | Funcionario  | Firma  |
| Actualizado por:         | Jaiker Gómez<br>Sierra<br>Profesional<br>Especializado<br>Grado 19<br>Laboratorio<br>Ambiental | <br><b>Jaiker Gómez</b>              |
| Revisado por:            | Julio Vega Ramírez<br>Subdirector<br>Gestión Ambiental   | <b>Julio Raúl Vega Ramírez</b><br> |
| Aprobado por:            | Fare José Romero Peláez<br>Representante de la Dirección                                       |                                    |