

Curso Teórico-Práctico Validación de métodos analíticos y Muestreo: fundamentos estadísticos y aplicaciones

No. de horas	24
Mín/Máx de alumnos	máximo 20; mínimo 10
Dirigido a	Estudiantes, Profesionistas y Académicos involucrados en el análisis químico
Requisitos de ingreso	Conocimiento básico de análisis químicos en alguna de sus diferentes técnicas

Objetivo

La finalidad del presente curso, es proporcionar los conceptos y herramientas necesarios en la obtención de datos confiables en el análisis químico";

I. Introducción

Cada vez más las políticas en el uso de compuestos químicos y su disposición en el ambiente, están basados en resultados de análisis que miden la composición química cercano a los niveles medidos por técnicas analíticas convencionales. Estos análisis están sujetos a incontables dificultades que incluyen interferencias, ruido instrumental, factores de ganancia o pérdida de analitos difíciles de controlar, error humano, etc. Todos ellos introducen incertidumbre en los resultados finales. De esta manera, el analista cuya labor es identificar y cuantificar compuestos o elementos, se enfrenta con la difícil tarea de generar resultados confiables. Aunado a esto, están los posibles errores derivados del muestreo o transporte de las muestras. Esto es especialmente cierto para, ya sea, nuevos analistas o en la implementación de nuevas técnicas de análisis.

Por todas estas razones, es difícil obtener precisión en los resultados de análisis químicos. Pero a pesar de ello es extremadamente importante la generación de datos confiables. Cuando un estudio costoso y largo contiene las incertidumbres antes mencionadas, los resultados pueden ser confusos o de plano sin ningún sentido. Un proceso de medición bien diseñado y bien ejecutado es la mejor manera de remediar dichos problemas. Es la manera de asegurar la calidad de los resultados. Dicho proceso se puede dividir en varios componentes: plan de ejecución, muestreo, calibración, medición, aseguramiento de la calidad, procedimientos estadísticos y generación de documentos. Si estos componentes están bien diseñados y ejecutados, la probabilidad de obtener datos confiables se incrementa. Inversamente, si alguno de ellos es débil, no funcional o falta, la calidad de los datos se ve comprometida. Esto se ejemplifica en la Grafica 1, donde se observa como a medida que los niveles del analito a detectar bajan, el nivel de esfuerzo para asegurar la calidad de los resultados se debe incrementar, y viceversa, a medida que las concentraciones del analito a detectar aumentan, disminuye la rigurosidad del aseguramiento de la calidad.

Así, los instrumentos para asegurar la calidad de los datos, los encontramos en la Validación de Métodos y los Sistemas de Aseguramiento de la Calidad y el Control de Calidad (QA/QC por sus siglas en inglés).

El presente curso aborda la obtención de los parámetros estadísticos en la Validación de un Método Analítico, así como las tareas para el QA/QC de un laboratorio de análisis; y como parte de la obtención de datos confiables, incorporamos los principios y buenas prácticas de un muestreo.

II. Justificación del curso

Cualquier análisis químico, para generar datos confiables, debe seguir las buenas prácticas de mediciones analíticas. Esto cobra especial importancia ya que la calidad de las interpretaciones de un estudio depende directamente de la calidad de los resultados generados. Así, si los resultados generados al hacer el análisis químico no son reproducibles, no son exactos, o no se puede probar que el método utilizado es efectivo, las interpretaciones derivadas de estos resultados serán erróneas también.

De esta manera, cualquier persona que utilice métodos de análisis, debe conocer que es la validación de un método, como llevar las buenas prácticas de análisis y los parámetros a reportar para demostrar la eficacia del método utilizado.

En este sentido, la validación de un método de análisis se ha definido como:

“La confirmación por examen y la provisión de evidencia objetiva de que se cumplen los requisitos particulares para un uso propuesto” [NMX EC 17025 IMNC 2006]

ó

“El proceso de establecer las características de desempeño y limitaciones de un método de medición y la identificación de aquellas influencias que pueden modificar estas características y a qué grado lo afectan” [EURACHEM “The fitness for Purpose of Analytical Methods”]

Entonces, podemos decir que la validación de un método analítico, son las herramientas para demostrar que el desempeño de un método analítico específico en un laboratorio determinado, cumple con las especificaciones necesarias para las características de medición definidas.

Internacionalmente la comunidad analítica ha establecido las principales especificaciones y requisitos operativos de un laboratorio de análisis por medio de la Norma Internacional ISO/IEC 17025:2005 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”, esta Norma especifica claramente la necesidad de la validación de los métodos analíticos como un requisito indispensable antes de realizar una medición analítica, ya que el desempeño de un método analítico es diferente en cada laboratorio que lo realiza y además los métodos analíticos no se pueden utilizar para medir algún analito en cualquier matriz, sino que son muchas veces específicos para la matriz en la que fueron desarrollados.

Pero la validación de métodos analíticos no se limita a los parámetros de desempeño del método, también es necesario incorporar el Aseguramiento y Control de Calidad (QA/QC por sus siglas en inglés). Estos conceptos no son nuevos, pero su incorporación en la Validación de Métodos o no se ha toma en cuenta o se toma como un tema aparte. Ambas nociones son erróneas ya que al final, el propósito de la Validación de Métodos y el QA/QC es obtener resultados confiables.

En este mismo tenor, si el muestreo de las muestras a analizar, no se hacen correctamente, con procedimientos y estándares de calidad, el resultado generado no será confiable, ya que la muestra pudo haber sido contaminada, degradada o insuficiente y se verá reflejado en los resultados generados en el análisis.

Con fines ilustrativos se presenta a continuación el programa del curso impartido el 2, 3 y 4 de febrero del 2011. Los temas y programación pueden variar para las próximas ediciones, de acuerdo a las consideraciones académicas del comité organizador.

III. TEMARIO

Hora	Tema/Actividad	Ponente
8:00-9:00	Inscripción y registro	
9:00-9:15	Inauguración	
9:15-10:45	Fundamentos y conceptos de aseguramiento de calidad en laboratorio analíticos. QA/QC.	C. Ponce de León
10:45-12:00	La validación como concepto fundamental para el aseguramiento de calidad en química analítica	C. Ponce de León
Receso		
12:30-14:00	Fundamentos de estadística I: Medidas de tendencia central, medidas de dispersión, distribuciones, intervalo de confianza, cartas de control.	P. Fernández
Comida		
15:30-17:00	Fundamentos de estadística II: Pruebas de hipótesis, análisis de varianza, pruebas de valores aberrantes.	P. Fernández
Receso		
17:15-18:30	Ejercicios / práctica	P. Fernández M. Hernández
9:00-10:30	Fundamentos de estadística III: Regresión lineal simple, parámetros de la recta, análisis de residuales, reporte de resultados y cifras significativas	P. Fernández
10:30-12:00	Ejercicios / práctica	P. Fernández M. Hernández
Receso		
12:30-14:00	Controles de calidad internos en los laboratorios de prueba	C. Ponce de León
Tiempo de comida		
15:30-17:00	Fundamentos de estadística IV: Parámetros característicos del método: Límite de cuantificación, límite de detección, intervalo lineal, intervalo de trabajo, precisión, exactitud.	C. Ponce de León
Receso		
17:15-18:00	Ejercicios / práctica.	P. Fernández C. Ponce de León
9:00-10:30	Ejercicios / práctica.	P. Fernández C. Ponce de León
10:30-12:00	Muestreo: Fundamentos y principios	S. Cram

Hora	Tema/Actividad	Ponente
Receso		
12:30-14:00	Muestreo en Suelos y Sedimentos	S. Cram
Tiempo de comida		
15:30-17:30	Muestreo en Agua	M. Hernández
17:30–18:00	Clausura y entrega de constancias	

Nota: Se requiere calculadora de bolsillo para los ejercicios prácticos. Favor de ensayar el cálculo de medias y desviaciones estándar en la misma antes del curso.

Secretaría de Educación Abierta y Continua
Facultad de Ciencias
Universidad Nacional Autónoma de México

Sitio web: www.educontinua.fciencias.unam.mx
Edificio Tlahuizcalpan, 1er piso
Teléfono: 56 66 47 89 (también fax) y 56 22 53 86