



GUIA SOBRE LA CALIFICACIÓN DE EQUIPO DE INSTRUMENTOS ANALITICOS

Área de Metrología de Materiales

Este documento describe una guía general para la calificación de equipo de instrumentos analíticos, el cual es un proceso formal que proporciona evidencia documental y permite establecer un estado de mantenimiento y calibración de los instrumentos analíticos consistente con su uso.

El Marqués, Qro., México, abril del 2004

Este es un documento de CENAM, basado en “The Development and Application of Guidance on Equipment Qualification of Analytical Instruments”, P. Bedson and M. Sargent, Laboratory of the Government Chemist, 1996.

Agradecimientos al personal del Área de Metrología de Materiales, por su colaboración en la revisión de este documento: Velina Lara Manzano, Alejandro Pérez Castorena, Adrian Reyes del Valle, Judith Sainz Uribe y al Dr. Yoshito Mitani. Cualquier comentario a este documento, favor de dirigirlo a materiales@cenam.mx ó Rocio Arvizu Torres, marvizu@cenam.mx, Metrología de Materiales del CENAM.

ESTE DOCUMENTO SE HA ELABORADO CON RECURSOS DEL GOBIERNO MEXICANO, SÓLO SE PERMITE SU REPRODUCCIÓN SIN FINES DE LUCRO Y HACIENDO REFERENCIA A LA FUENTE:

Metrología de Materiales, Centro Nacional de Metrología, México, abril 2004. Disponible en <<http://www.cenam.mx>>

GUIA SOBRE LA CALIFICACIÓN DE EQUIPO DE INSTRUMENTOS ANALITICOS

Contenido.

Introducción

1. El proceso de calificación de Equipo (CEIMA)
2. Calificación de diseño (CD)
3. Calificación de instalación (CI)
4. Calificación de operación (CO)
5. Calificación de desempeño (C de D)
6. Re-calificación
7. Calibración y trazabilidad
8. Documentación
9. Glosario de términos
10. Referencias

Introducción.

Este documento proporciona una guía a los usuarios y proveedores de instrumentos analíticos, sobre la realización adecuada de la “Calificación” de dichos instrumentos. Está enfocado a explicar el proceso de calificación, proporcionando recomendaciones sobre lo que debe realizarse en cada etapa de la calificación instrumental. Establece un enfoque general de la calificación de instrumentos y se aplica a una amplia variedad de instrumentación analítica; proporciona recomendaciones compatibles con los requerimientos de la Guía ISO 17025, por lo anterior, es una guía útil para el personal involucrado en la evaluación (acreditación), certificación y monitoreo de los laboratorios analíticos.

Los requisitos establecidos en este documento no están destinados a ser una serie obligatoria de pruebas que deban llevarse a cabo. El usuario de esta guía, deberá ejercer su juicio profesional para establecer el alcance a los requisitos individuales, que sean aplicables y al nivel de detalle requerido para una calificación propia de los instrumentos analíticos.

La mayoría de los requisitos mencionados en este documento, pueden ser aplicables a otro tipo de instrumentos, sin embargo aquellos equipos ó instrumentos involucrados en la preparación de muestra o en procesos de manufactura, están fuera del alcance de este documento.

Los instrumentos tienen diversas configuraciones de computadoras, microprocesadores y programas de cómputo, la validación formal de estos componentes está fuera del alcance de este documento. Cuando sea necesario, los usuarios deben solicitar evidencia documentada a los proveedores de los instrumentos, de que tales componentes se hayan desarrollado y fabricado bajo Normas apropiadas y formalmente hayan sido validados durante su producción. La Guía sobre la validación de sistemas computarizados está disponible en otras referencias [4, 5, 6, 7, 8, 9].

Los términos “validación” y “calificación” son utilizados con frecuencia para expresar el mismo significado. El enfoque de esta guía es que, la “validación” es una aplicación orientada y relacionada a un método o proceso de medición específico, mientras que la “calificación” esta orientada y relacionada primariamente a la especificación operacional del instrumento.

La trazabilidad del valor, resultado de una medición implica que la medición haya sido realizada con instrumentos calibrados por un laboratorio competente, que los valores resultado de dichas calibraciones sean trazables a las unidades del Sistema Internacional de unidades (SI) y que la incertidumbre de la medición se haya estimado. La calibración de los sistemas instrumentales de medición analítica, deberá ser realizada por el usuario empleando materiales de referencia certificados, cada vez que el usuario realice la medición, por que en este caso, la trazabilidad a patrones nacionales es normalmente y con frecuencia establecida, a través del uso de materiales de referencia certificados, los cuales deberán demostrar trazabilidad al SI.

1. El proceso de Calificación de Equipo de Instrumentos Analíticos (CEIMA).

El requisito primario para todos los instrumentos utilizados en los laboratorios analíticos es que, deben ser suministrados de acuerdo a su propósito establecido.

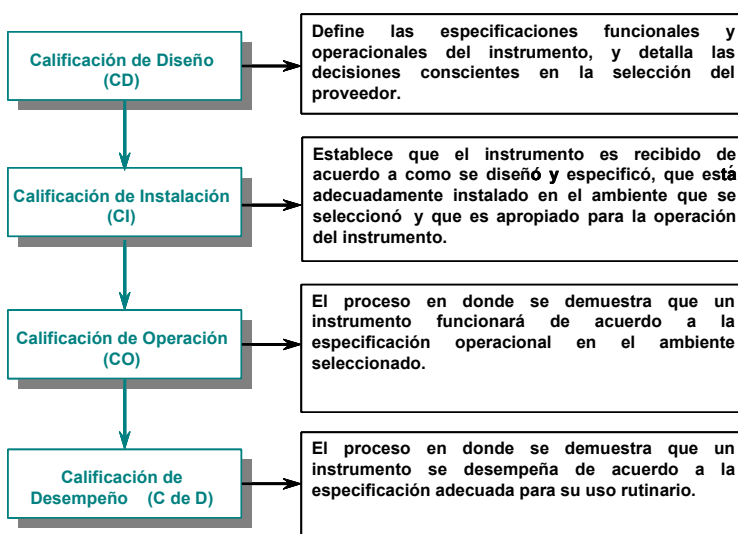


Figura 1. Proceso de Calificación de Equipo de Instrumentos Analíticos

El proceso de calificación del equipo de instrumentos analíticos (CEIMA) debe, por lo tanto, establecer que la especificación operacional del instrumento es apropiada para su propósito establecido y que el instrumento se desempeña de acuerdo a esa especificación. La CEIMA también debe establecer que un instrumento es y será, conservado en un estado de mantenimiento y calibración consistente con su uso.

El proceso de CEIMA descrito en este documento es resumido en la figura 1 y está basado en cuatro etapas de “calificación”:

Calificación de Diseño (CD);
Calificación de Instalación (CI);
Calificación de Operación (CO) y
Calificación de Desempeño (C de D)

D). Las secciones subsiguientes de esta guía, describen individualmente estas cuatro etapas de calificación en más detalle y proporciona una amplia guía de lo que cada etapa debe incluir.

Hay con frecuencia confusión con respecto a que se debe incluir en el proceso de CEIMA y en particular, que está cubierto en las etapas individuales de calificación (CD-CI-CO-C de D). Esto surge porque los proveedores de diferentes compañías, ofrecen niveles variados de apoyo para la CEIMA y en la actualidad, no hay una aceptación uniforme de que es lo que se cubre en cada etapa de la CEIMA, ni como será llamada cada etapa.

La aplicación de cada etapa de la CEIMA, variará durante el tiempo de vida de un instrumento. Las cuatro etapas serán aplicables desde la compra de un instrumento nuevo. Puede ser necesario que los aspectos de CD y CI sean efectuados nuevamente cuando existan cambios mayores en el instrumento. La C de D y muchos aspectos de la CO, deberán llevarse a cabo durante toda la vida del instrumento y proporcionar una referencia contra la cual, el funcionamiento continuo del instrumento pueda ser evaluado.

El proceso de CEIMA y los requisitos de cada etapa de calificación son genéricos y por lo tanto aplicables a instrumentos complejos y simples. Sin embargo, las pruebas operacionales específicas llevadas a cabo durante la calificación variaran, por supuesto, de acuerdo al tipo de instrumento (p.

ej. las pruebas para demostrar que el automuestreador del HPLC esta funcionando de acuerdo a la especificación, son absolutamente diferentes de aquellas empleadas en probar un espectrofotómetro de UV-Vis).

Cada etapa del proceso de calificación involucra el mismo enfoque general: la preparación de un plan de calificación, que incluya la definición del alcance de la calificación (p. ej. la prueba a llevarse a cabo y el criterio de aceptación a utilizarse); ejecución del plan (durante el cual los resultados de las pruebas sean registrados, tal y como las pruebas se llevan a cabo); y la elaboración de un informe (y si se requiere, un certificado de CEIMA) en el que se documentan los resultados de la CEIMA.

El usuario es responsable de la validación del proceso de medición, de la calidad y la confiabilidad de los datos producidos. Por lo tanto, el usuario es responsable de asegurar que un instrumento es adecuado para su uso propuesto y que esta operando satisfactoriamente. De esta forma, el usuario es también responsable de la CEIMA.

El usuario debe establecer el nivel de CEIMA que se requiere, en base al propósito establecido del instrumento, también debe establecer qué aspectos de la CEIMA deberán hacerse en el laboratorio y cuales deberán ser realizados por un tercero; este último puede ser el proveedor original del instrumento. El alcance de lo que llevará a cabo el usuario, dependerá de su experiencia y competencia.

El proveedor deberá proporcionar una guía clara sobre que es lo que el usuario debe llevar a cabo, que es lo que el usuario y proveedor pueden realizar y lo que puede ser realizado solo por el proveedor. El proveedor deberá elaborar y proporcionar documentos que estén disponibles sobre las herramientas y servicios que permitan la ejecución de la CEIMA y en particular, para proporcionar instrucciones claras y detalles de las pruebas que son requeridas para demostrar un desempeño satisfactorio del instrumento analítico. Tales pruebas (una parte integral de CO/C de D) pueden llevarse a cabo por el proveedor o el usuario, pero deben permanecer bajo el control del usuario (ver sección 5.5).

En cualquier aspecto de la CEIMA y/o revisión de desempeño o prueba, que se lleve a cabo por el proveedor o un tercero, el usuario debe dar aprobación, de que las pruebas fueron realizadas competentemente y correctamente (el registro de la capacitación del personal que realiza la instalación del instrumento debe ser proporcionada al usuario, con la finalidad de proveer evidencia básica de su competencia).

El éxito o el fracaso de todas las revisiones en la CEIMA y las pruebas realizadas, deberán registrarse formalmente.

Los resultados de aquellas pruebas y revisiones que hayan sido llevadas a cabo por el proveedor del instrumento o por un tercero, deberán ser documentadas e informadas al usuario, con la finalidad de que de su aprobación a las mismas.

El usuario puede esperar que los proveedores lleven a cabo todos los aspectos de la CEIMA, pero debe aceptar que tales servicios con frecuencia incurrirán en un costo económico.

Cuando sean necesarias las operaciones de mantenimiento y de calibración, estas deben realizarse antes de la CEIMA.

2. Calificación de Diseño (CD).

- 2.1 La calificación del Diseño tiene que ver, con lo que se requiere hacer con el instrumento, por lo que tiene que ser vinculado directamente al propósito de uso. La CD proporciona al usuario una oportunidad para demostrar que, en una etapa anticipada a la adquisición e instalación del instrumento se ha considerado el propósito de su uso y que la CD ha sido incorporada en el proceso de CEIMA.
- 2.2 En la CD deberá, hasta donde sea posible, establecerse el uso propuesto o probable del instrumento y definir las especificaciones operacionales y funcionales apropiadas. Esto puede ser un compromiso entre lo ideal y los detalles prácticos, considerando de que se dispone. Mientras que, es responsabilidad del usuario asegurar que existan especificaciones que sean apropiadas; estas especificaciones pueden ser preparadas por el usuario, el (los) proveedor(es) o por discusión entre ambos.
- 2.3 La especificación operacional deberá definir las características claves de desempeño del instrumento, los intervalos sobre los cuales se requiere operar el instrumento y que se desempeñe consistentemente.
- 2.4 La especificación funcional deberá considerar todos los requisitos del instrumento, incluyendo la especificación operacional (ver 2.3) y otros factores críticos relacionados con su uso, por ejemplo:
 - a) Todas las exigencias del negocio;
 - b) La documentación relacionada al uso del instrumento (p.ej. documentación clara, manuales de operación fácil de usar, identificación por número de versión y fecha; protocolos para CI, CO y C de D; procedimientos estándar de operación modelo POE, etc.);
 - c) El nivel de habilidad requerida para operar el instrumento y los detalles de cualquier capacitación necesaria y cursos proporcionados por el proveedor.
 - d) Rendimiento de muestra, presentación y necesidades para su introducción;
 - e) Necesidades de adquisición de datos, forma de procesarlos y presentarlos;
 - f) Requisitos para servicios, instalaciones y consumibles (p. ej. electricidad, gases especiales, y su consumo esperado);
 - g) Condiciones ambientales o intervalo de condiciones dentro de las cuales, el instrumento debe trabajar.
 - h) Sugerencias sobre los intervalos y los procedimientos para mantenimiento y calibración del instrumento, incluyendo el costo y la disponibilidad de cualquier contrato de servicio.

-
- i) El periodo en el cual, pueda garantizarse para el instrumento, el apoyo de calificación, mantenimiento, partes, etc.).
 - j) Información sobre seguridad e higiene y asuntos o requisitos ambientales.
- 2.5 En la tarea de la CD, debe tomarse en cuenta la información y el conocimiento de los instrumentos que existen. Si un instrumento es robusto en el diseño y cuenta con indicios registrados que lo prueben, esto proporciona una evidencia y confianza básica acerca de su disponibilidad para su uso. Para nuevas técnicas o instrumentos, la CD requerirá mas esfuerzo sobre su selección.
- 2.6 La selección del proveedor y del instrumento esta completamente bajo la responsabilidad del usuario. Sin embargo, en la selección del instrumento y del proveedor, el usuario debe tener en mente que los reglamentos y/o políticas internas de la institución, probablemente requieran evidencia de: un diseño riguroso y especificaciones de los métodos a emplear; procedimientos de control y aseguramiento de calidad completamente documentados; la disponibilidad continua de personal calificado y con experiencia; planes de prueba detallados a todos los niveles del sistema y la aplicación de procedimientos para: cambios de control rigurosos, informes de fallas y de acciones correctivas. El usuario puede proporcionar: un cuestionario adecuado, la auditoria de un tercero o la certificación independiente al proveedor, para obtener un esquema de calidad aprobado con evidencia de que los requisitos de las normas se cumplen. Cuando esta evidencia no este disponible, es responsabilidad del usuario llevar a cabo una calificación más extensa, con el fin de proporcionar el aseguramiento de calidad necesario que demuestre la capacidad y desempeño del instrumento para el uso que se le va a dar.
- 2.7 Cuando los instrumentos son fabricados con el propósito de hacer mediciones que apoyen estudios para la emisión de normas, el usuario puede solicitar la confirmación al fabricante de que esta preparado para permitir que las autoridades de normalización tengan acceso a los registros relacionados con la fabricación y el desarrollo del instrumento, por ejemplo: código fuente; procedimientos y registros del desarrollo del instrumento; documentación de calibración y calificación; registros e informes de pruebas del lote; documentos de calificación de computadoras, microprocesadores y programas de cómputo y credenciales del personal involucrado con el desarrollo del instrumento.

3. Calificación de Instalación

- 3.1 Hay una línea fina entre lo que esta incluido tanto en la Calificación de Instalación, como en la Calificación de Operación. En efecto, la línea puede dibujarse de modo diferente para todos los fabricantes y/o diferentes instrumentos. En este documento la CI cubre toda la instalación del instrumento, incluyendo su respuesta a la aplicación inicial de energía.

3.2 La CI involucra la revisión formal para confirmar que el instrumento, sus módulos y accesorios se han suministrado como se solicitaron (de acuerdo a especificaciones establecidas entre el usuario y el proveedor) y que el instrumento es instalado adecuadamente en el ambiente que se seleccionó. La CI debe documentarse formalmente (ver sección 8) y deberá cumplir lo siguiente:

- a) Que el instrumento (incluyendo todos los módulos y los accesorios) se hayan entregado como se solicitó (notas de entrega, orden de compra, especificaciones acordadas) y que el instrumento haya sido revisado y reportado sin daño.
- b) Que se proporcionó toda la documentación requerida y que es correcta (ej. manuales de operación, los cuales también deberán incluir su número y fecha de emisión, la especificación del proveedor y los detalles de todos los servicios y herramientas necesarias para operar el instrumento).
- c) Que se haya proporcionado el servicio recomendado, como el mantenimiento, los programas e intervalos de calibración y calificación. Cuando el mantenimiento puede ser realizado por el usuario, deben establecerse métodos e instrucciones adecuadas, así como también los puntos de contacto para la realización del servicio y la adquisición de refacciones.
- d) Que se hayan suministrado computadoras, microprocesadores, licencias y programas de cómputo de edición correcta.
- e) Que se haya proporcionado: la información sobre los consumibles necesarios empleados durante la operación normal del sistema del instrumento y los procedimientos de encendido y apagado.
- f) Que el ambiente seleccionado para el instrumento sea el adecuado, con un espacio apropiado para su instalación, operación, servicio y servicios adecuados (electricidad, gases especiales, etc.). (Nota: puede ahorrarse tiempo y esfuerzo significativo, si estos requisitos básicos se revisan antes de la CI formal del instrumento).
- g) Que haya sido proporcionada la información sobre seguridad e higiene y ambiente, relacionada a la operación del instrumento. Es responsabilidad del proveedor proporcionar información adecuada sobre seguridad, sobre la cual el usuario debe actuar y documentar la aceptación de esta guía.
- h) Que se registre la respuesta inicial del instrumento debida a la aplicación inicial de energía, documentando que está de acuerdo a lo especificado, registrar cualquier desviación encontrada (si el sistema está diseñado para realizar cualquier diagnóstico automático o procedimientos de encendido, la respuesta a estas funciones deberán observarse y documentarse).

3.3 La CI puede ser realizada por el proveedor y/o el usuario. Sin embargo, deberá notarse que, en algunos casos la complejidad del instrumento puede excluir al usuario para que realice la CI y por otro lado, el desempaque del instrumento por el usuario puede invalidar la garantía.

3.4 La CI debe llevarse a cabo por una persona competente y de acuerdo con los procedimientos e instrucciones del proveedor. El éxito o la falla de cada una de las revisiones de la CI, deberán ser registradas formalmente y los resultados de prueba de las revisiones de la CI que hayan sido realizadas por el proveedor, deberán ser informadas al usuario.

4. Calificación de Operación (CO).

- 4.1 El propósito de la Calificación de Operación (CO) es demostrar y proporcionar evidencia documentada de que el instrumento funcionará de acuerdo a la especificación operacional en el ambiente seleccionado.
- 4.2 Normalmente para un instrumento nuevo, la CO se realiza después de la CI o después de un cambio significativo en el instrumento o después de realizar un cambio de un componente resultado de una reparación o servicio.
- 4.3 La CO puede ser llevada a cabo por el proveedor o el usuario, pero debe permanecer bajo el control del usuario. Sin embargo, para instrumentos de configuración compleja, solo puede ser realizada por el proveedor.
- 4.4 La CO debe realizarse de acuerdo a los procedimientos y las instrucciones del proveedor, utilizando los materiales y protocolos apropiados y debe satisfacer los requisitos generales establecidos en la Sección 2- Calificación de Equipo. En esta sección no es posible dar una guía general a los requisitos para la CO, porque en esta etapa, las revisiones y las pruebas necesarias para demostrar que la especificación operacional del instrumento se cumple, son específicas y varían dependiendo del tipo de instrumento que este bajo calificación. Sin embargo, la CO debe ser formalmente documentada de acuerdo con los requisitos generales descritos en la Sección 8-Documentación.

5. Calificación de Desempeño (C de D).

- 5.1 El propósito de la C de D es asegurar que el instrumento funciona correctamente y que la especificación es apropiada para su uso de rutina. Esta especificación puede ser la especificación operacional original o una más adecuada para su uso actual. La C de D proporciona la evidencia continua del control y desempeño aceptable del instrumento, durante su uso rutinario.
- 5.2 La frecuencia y el requerimiento para la C de D, deberá ser especificada en los manuales de operación “in-house” o en un procedimiento estándar de operación (POE). Deberá basarse en el tipo de instrumento y por supuesto en el desempeño previo del instrumento (historial de funcionamiento), incluyendo los períodos establecidos de calibración del instrumento, basados en la práctica (gráficos de control), con la finalidad que permanezca el instrumento en los límites de aceptación.
- 5.3 Cuando sea posible, todas las revisiones y pruebas de la C de D, deberán llevarse a cabo utilizando parámetros tan cercanos, como sea posible a aquellos utilizados durante una operación de rutina normal del instrumento. Para la mayoría de los instrumentos habrá un área “gris” entre el funcionamiento óptimo y el nivel inaceptable. Cuando este sea el caso, el

usuario debe identificar un umbral (estableciendo un criterio) bajo el cual, el funcionamiento del instrumento es no aceptable y por lo tanto establecer que el instrumento no debe ser usado hasta que su funcionamiento sea reestablecido.

- 5.4 Los aspectos de calificación de desempeño son con frecuencia incluidos dentro de los procedimientos o métodos de medición analítica. Este enfoque, es con frecuencia llamado Prueba de Aptitud del Sistema PAS (System Suitability Checking, SSC), la cual demuestra que el desempeño del procedimiento de medición (incluyendo las condiciones de operación instrumental) es apropiado para una aplicación en particular. La PAS deberá utilizarse antes y durante el análisis para proporcionar una evidencia de operación satisfactoria o una evidencia de que el desempeño ya no es aceptable.
- 5.5 Cuando el proveedor suministra un sistema de medición completo, la C de D puede realizarse por el proveedor, pero debe permanecer bajo control del usuario. En algunas circunstancias, la C de D puede involucrar que se realicen varias revisiones y pruebas que son también realizadas durante la CO y por lo tanto, éstas deben realizarse por el proveedor. Sin embargo, cualquier C de D llevada a cabo por el proveedor, es probable que el usuario también tenga que realizar frecuentemente la misma C de D (revisiones y pruebas), para confirmar el desempeño satisfactorio y continuo del instrumento durante el uso rutinario.
- 5.6 La C de D deberá llevarse a cabo de acuerdo con los requisitos generales descritos en la Sección 1-Calificación del Equipo. No es posible dar una guía general sobre los requisitos de la C de D porque, en esta etapa, las revisiones y pruebas necesarias para demostrar un funcionamiento satisfactorio del instrumento, son específicas y dependientes del tipo de instrumento y de la aplicación (medición analítica). Sin embargo, la C de D debe documentarse formalmente de acuerdo con lo establecido en la Sección 8-Documentación.

6. Re-calificación.

- 6.1 En general, un instrumento experimentará una variedad de cambios durante su vida útil. Estos pueden variar desde el reemplazo rutinario de una parte simple, consumible, hasta cambios significativos que afectan el sistema completo del instrumento. Los ejemplos de tales circunstancias incluyen:
- Movimiento o re-localización del instrumento.
 - Interrupción de los servicios o suministros.
 - Mantenimiento de rutina y reemplazo de refacciones
 - Modificación (p. ej. actualización del instrumento o mejora)
 - Un cambio de uso.
- 6.2 Cada vez que ocurran tales cambios, es esencial repetir aspectos relevantes del proceso de calificación original. Este procedimiento es ampliamente referido como re-calificación.

-
- 6.3 El nivel de re-calificación requerida dependerá del alcance de los cambios y su impacto sobre el instrumento. En muchos casos, la re-calificación puede ser realizada utilizando los mismos protocolos de CEIMA, revisiones y pruebas, los cuales fueron llevados a cabo previo al uso rutinario del equipo.
 - 6.4 La naturaleza y la razón para cualquier cambio al instrumento, en conjunto con los resultados de todas las pruebas y revisiones de la re-calificación realizada, deberán documentarse formalmente de acuerdo a los requisitos presentados en la sección 8-Documentación.
 - 6.5 La re-calificación no es necesariamente repetir todo el proceso de CEIMA. Sin embargo, debe cubrir el cambio realizado y re-calificar aquellas partes (refacciones y/o accesorios, equipos acoplados, entre otros) del instrumento, que afecten dicho cambio.
 - 6.6 Por ejemplo, el reemplazo de la fuente de un detector (p. ej. lámpara de deuterio) requerirá re-calificar el detector, utilizando procedimientos y protocolos apropiados para CO/C de D, pero sería poco probable requerir la re-calificación de otros componentes del instrumento (p. ej. el inyector o la bomba). Sin embargo, debido a que el cambio afectó al instrumento como un todo, podría ser necesario llevar a cabo revisiones para la C de D en todo el sistema, para demostrar su desempeño satisfactorio posterior al cambio.
 - 6.7 Similarmente, para algunos sistemas “modulares” es posible, con frecuencia intercambiar los componentes dependiendo de la aplicación y del uso propuesto para el instrumento. Los cambios en la configuración del instrumento (p. ej. reemplazo de un detector por otro) puede no necesariamente, requerir re-calificación del módulo individual, pero requerirá re-calificación del sistema del instrumento como un todo.
 - 6.8 Cambios significativos del instrumento, por ejemplo, un componente principal o una actualización del programa de cómputo o una mejora que permita incrementar la capacidad del instrumento, normalmente requerirá una re-calificación más amplia. En efecto, para tales cambios substanciales, hay con frecuencia una línea fina entre lo que es considerado que sea re-calificación y lo que constituye la calificación de un nuevo componente.
 - 6.9 La actualización del instrumento y/o su programa de cómputo, deberá documentarse completamente y describir las razones, diferencias, las nuevas características y los beneficios del cambio efectuado. Los usuarios deberán averiguar y solicitar evidencia documentada a los proveedores, de que la actualización haya sido desarrollada y fabricada de acuerdo a normas apropiadas y formalmente validada durante su producción. La actualización del programa de cómputo deberá, en lo que sea posible, ser compatible con las versiones previas y donde esto no sea posible, el proveedor deberá ofrecer una transferencia “validada” de los datos existentes al sistema actualizado.
 - 6.10 Posterior a la instalación de actualización, el instrumento deberá re-calificarse utilizando revisiones y pruebas adecuadas. Cuando sea posible, las revisiones y pruebas utilizadas para la re-calificación deben diseñarse de tal forma, que los resultados puedan ser comparados con

aquellos que se obtuvieron utilizando las versiones anteriores. Cualquier diferencia entre los resultados de prueba obtenidos por las versiones anteriores y las nuevas, deberán identificarse, documentarse y resolverse.

7. Calibración y Trazabilidad.

- 7.1 La Guía ISO 17025, las series de Normas ISO9000 y las Buenas Prácticas de Laboratorio establecen que, en donde sea relevante y posible, las calibraciones deberán ser trazables a patrones nacionales o internacionales. La importancia de la trazabilidad a patrones nacionales e internacionales está en el establecimiento de la exactitud, de los datos resultantes del proceso de medición. En donde esto no es relevante o posible, las bases para la calibración o el establecimiento de la exactitud de los resultados deben documentarse.
- 7.2 Cuando se utilizan instrumentos para medir valores absolutos de un parámetro (p. ej. temperatura, longitud de onda), el instrumento deberá ser calibrado utilizando materiales de referencia o patrones trazables a patrones nacionales o internacionales. La mayoría de los instrumentos de medición analítica no se utilizan en esta forma. En lugar de esto, el parámetro medido (p. ej. mV) es comparado con el valor de una magnitud conocida del mensurando de interés, de un material de calibración, en una forma tal, que obedezca las leyes definidas. Actualmente está en discusión la influencia de la calibración o caracterización física del instrumento y su incertidumbre, en la incertidumbre final del valor medido de la magnitud del mensurando. En este sentido se está analizando información experimental en casos específicos, para sustentar técnicamente los argumentos de discusión. Entre tanto, se considera que la mejor aproximación a los valores verdaderos del mensurando, es la obtenida mediante el uso apropiado de los materiales de referencia certificados en cada caso.
- 7.3 Para muchas aplicaciones, la exactitud de los parámetros de operación del instrumento no es crítica (p. ej. velocidad del flujo de la fase móvil en sistemas de HPLC) y por lo tanto la necesidad de realizar una calibración correspondiente a dicho parámetro, que sea trazable a patrones nacionales o internacionales no es importante. En tales circunstancias, la exactitud del parámetro de operación es secundaria, siempre y cuando permanezca reproducible consistentemente, durante la medición analítica de la muestra y del patrón correspondiente, adicionalmente deberá demostrarse el desempeño adecuado del instrumento de medición (p.ej. empleando el PAS).
- 7.4 Sin embargo, en otras circunstancias, la exactitud de los parámetros de operación de un instrumento y subsecuentemente la calibración trazable a patrones nacionales e internacionales será de mayor importancia; por ejemplo: cuando un procedimiento de medición analítica es desarrollado en un laboratorio y éste se transfiere a otro laboratorio para uso rutinario o en donde la exactitud del parámetro pueda tener un impacto crítico sobre el funcionamiento del proceso de medición.

-
- 7.5 La trazabilidad a patrones nacionales e internacionales es normalmente y con frecuencia establecida más eficientemente, a través del uso de materiales de referencia certificados o patrones trazables al SI.
- 7.6 Los usuarios deben evitar sobre especificar requisitos de trazabilidad y/o calibración (p. ej. para parámetros que no son críticos en el método), porque los evaluadores tendrán justificación para exigir que el usuario demuestre, que cualquier requisito metrológico especificado en el procedimiento, debe cumplirse razonablemente.

8 Documentación.

- 8.1 Esta sección proporciona una guía sobre los requisitos relacionados a la documentación que cubre el proceso de CEIMA. Esta guía no intenta cubrir la documentación relacionada a la operación o servicio (p. ej. manuales del instrumento).
- 8.2 La CEIMA debe documentarse. La documentación de la CEIMA puede prepararse y ser proporcionada por el usuario, el proveedor o por ambos. Cuando ésta es proporcionada por el proveedor (p. ej. en un protocolo de calificación), debe permanecer bajo la responsabilidad del usuario y ser escrita de tal forma, que pueda ser identificada fácilmente y entendida por el usuario. La documentación que cubre la CEIMA deberá satisfacer los siguientes requisitos:
- a) El instrumento, todos los módulos y accesorios deben identificarse de forma única, particularmente los informes y certificados, incluyendo:
- nombre del proveedor, nombre del instrumento, modelo y número de serie,
 - cualquier número de identificación asignado por el usuario,
 - la versión y la fecha de emisión de cualquier computadora, microprocesador, licencias y programas de cómputo.

Puede ser útil incluir una breve descripción del instrumento y su papel en el proceso de medición.

- b) Establecer claramente los intervalos en los cuales, los aspectos de CEIMA y/o revisiones y pruebas específicas, deben llevarse a cabo y el nivel de responsabilidad del operador requerido para realizar las pruebas.
- c) Proporcionar detalles de cada prueba o revisión a realizar, el criterio a emplear para la especificación y la aceptación. Esta información deberá ser suficientemente concisa, de tal forma que permita al operador hacer un juicio no ambiguo sobre los resultados de la prueba.
- d) Proporcionar suficiente información sobre los procedimientos y materiales requeridos para realizar cada revisión y prueba. Cuando exista la necesidad de establecer trazabilidad a patrones nacionales e internacionales, debe existir documentación que sugiera como podría establecerse.

-
- e) Cuando la calificación de un componente del instrumento es dependiente de la función correcta de otro de sus componentes, cualquier suposición establecida deberá registrarse.
 - f) Establecer la fecha, en la cual, la calificación se llevó a cabo y el resultado de calificación para cada prueba y revisión.
 - g) Establecer la razón para realizar la calificación [p. ej. posterior a la instalación de un nuevo instrumento (componente), posterior a un servicio de rutina o posterior a una falla del instrumento].
 - h) Proporcionar información clara sobre la acción que deberá tomarse en caso de que falle la prueba o la calificación.
 - i) Establecer las circunstancias en las cuales podría o será necesaria la re-calificación del instrumento (p. ej. posterior al servicio o re-calibración).
 - j) Contener el nombre(s) y la firma(s) de la persona(s) quienes realizan la calificación y/o cada revisión o prueba individual. Contener el nombre y la firma del usuario, autorizando la finalización de la calificación.

8.3 Se recomienda conservar los libros de registro para todos los instrumentos. Las Normas correspondientes de Calidad, ponen gran énfasis en la conservación de los registros que contienen la historia del instrumento. Conservar un libro de registro actualizado con el historial del instrumento, proporciona un mecanismo conveniente para registrar la información y puede proporcionar las bases para satisfacer los requisitos de las Normas o documentos involucrados, como la Guía ISO 17025.

8.4 Los libros de registro de instrumentos deben identificar los módulos individuales y los accesorios que lo constituyen y deben ser usados para registrar la historia total del instrumento (p. ej. la fecha de compra, la calificación inicial, el registro del servicio, las fechas de los mantenimientos subsecuentes, fechas de calibraciones y calificaciones que se hayan realizado y la programación de las próximas). En algunas circunstancias puede ser adecuado, que toda la información relevante se documente ó anexe al libro de registro (p. ej. instrucciones de operación y procedimientos estándar de operación (POE); registros de calibración, mantenimiento y de calificación, protocolos de calificación e informes). Por otro lado, puede ser más apropiado utilizar el libro de registro como un resumen de la información clave, cuyas referencias serán procedimientos mas detallados, informes y certificados que estén disponibles para su revisión.

8.5 Posterior a la calificación, el libro de registro del instrumento debe ser actualizado con los resultados de la calificación. El instrumento mismo, debe también “etiquetarse” para proporcionar una clara indicación de cuando esta programada la próxima calificación, calibración o la prueba de desempeño.

9 Glosario de Términos.

Algunos de los términos en este documento están en base al Vocabulario Internacional de Términos Fundamentales y Generales de Metrología, Publicación Técnica CNM-MMM-PT-001, 2000, otros son términos utilizados en el tema específico de este documento, por lo que la siguiente descripción explica como estos términos deberán ser interpretados en este documento.

Ajuste. Operación de llevar un instrumento de medición a un estado de funcionamiento adecuado para su uso. [1,2]

Cadena de Medición. Serie de elementos de un instrumento de medición o sistema que constituye la trayectoria desde la entrada hasta la salida de la señal de medida. [1,2]

Ejemplo, en una cadena de medición electroacústica comprende un micrófono, un atenuador, un filtro, un amplificador y un voltmetro.

Calibración. Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada o un material de referencia y los valores correspondientes de la magnitud realizados por los patrones. [1,2]

Calificación del Equipo (CEIMA). Proceso general que asegura que un instrumento es apropiado para el uso propuesto y que su desempeño está de acuerdo a las especificaciones establecidas por el usuario y el proveedor. [3]

La CEIMA se compone de los siguientes procesos, la Calificación de Diseño (CD), Calificación de Instalación (CI), Calificación de Operación (CO) y Calificación de Desempeño (C de D).

Calificación del Diseño (CD). Cubre todos los procedimientos previos a la instalación del sistema en el ambiente seleccionado. La CD define las especificaciones operacionales y funcionales del instrumento y detalla las decisiones deliberadas en la selección del proveedor. [3]

Calificación de Instalación (CI). Cubre todos los procedimientos relacionados a la instalación del instrumento en el ambiente seleccionado. La CI establece que el instrumento se recibió como se diseñó y se especificó, que este instrumento fue adecuadamente instalado en el ambiente seleccionado, y que este ambiente es apropiado para la operación y uso del instrumento. [3]

Calificación de Operación (CO). Es el proceso en donde se demuestra que un instrumento funcionará de acuerdo a su especificación operacional en el ambiente seleccionado. [3]

Calificación de Desempeño (C de D). Es definida como el proceso en donde se demuestra que un instrumento se desempeña consistentemente de acuerdo a una especificación apropiada para su uso rutinario. [3]

Detector. Dispositivo o sustancia que indica la presencia de un fenómeno sin que necesariamente proporcione un valor de una magnitud asociada. [1,2]

Por ejemplo, detector de fugas de halógeno, papel tornasol.

Notas:

1. Una indicación puede producirse solo cuando el valor de la magnitud alcanza un límite, algunas veces llamado el límite de detección del detector.
2. En algunos campos el término “detector” se utiliza en vez del término “sensor”.

Especificación Operacional. Las características claves del desempeño del instrumento y los intervalos en los cuales se requiere operar y desempeñar consistentemente, como se acordó entre el usuario y el proveedor. [3]

Especificación Funcional. Define todos los requisitos del instrumento incluyendo la Especificación Operacional y otros factores críticos relacionados con su uso. [3]

Por ejemplo: Nivel de capacitación/experiencia requerida por los operadores.

Incertidumbre de Medición. Parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían razonablemente ser atribuidos al mensurando. [1,2]

Instrumento de Medición. Dispositivo destinado a ser utilizado para hacer mediciones sólo o en conjunto con dispositivos complementarios. [1,2]

Magnitud. Atributo de un fenómeno, cuerpo o sustancia que puede ser diferenciado cualitativamente y determinado cuantitativamente. [1,2]

Material de Referencia Certificado. Material de referencia acompañado de un certificado, en el cuál uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cuál se expresan los valores de la propiedad y en la que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza. [1,2]

Medición. Conjunto de operaciones que tienen por objetivo determinar el valor de una magnitud. [1,2]

Método de Medición. Secuencia lógica de operaciones, descrita genéricamente, usada en la realización de mediciones. [1,2]

Patrón. Medida materializada, instrumento de medición, material de referencia o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para servir de referencia. [1,2]

Procedimiento de Medición. Conjunto de operaciones, descritas específicamente, usadas en la realización de mediciones particulares de acuerdo a un método dado. [1,2]

Principio de medición. Base científica de la medición. [1,2]

Ejemplos:

El efecto termoeléctrico aplicado a la medición de temperatura;

El efecto Josephson aplicado a la medición de la diferencia de potencial eléctrico;

El efecto Doppler aplicado a la medición de la velocidad;

El efecto Raman aplicado a la medición del número de onda de las vibraciones moleculares.

Técnica: Es un principio científico (químico o físico) utilizado separadamente o en combinación con otras técnicas para analizar la composición de los materiales. [10]

Ejemplo: Espectrofotometría

Proveedor. El fabricante del instrumento, vendedor o agente aprobado. [3]

Prueba de Aptitud del Sistema (PAS): Serie de pruebas para evaluar el desempeño de un proceso de medición. La PAS puede formar parte del proceso de validación de método, cuando es aplicado a un procedimiento de medición particular. La PAS establece las condiciones de operación requeridas, para que un proceso de medición específico sea llevado a cabo satisfactoriamente. [3]

Por ejemplo: la prueba de la concentración característica en un espectrómetro de absorción atómica.

Sensor. Elemento de un instrumento de medición o de una cadena de medición que está directamente afectado por el mensurando. [1,2]

Por ejemplo: tubo de Bourdon de un manómetro, flotador de un instrumento de medición de nivel, fotocelda de un espectrofotómetro, algunas veces este término es equivalente al del detector.

Sistema de Medición (SIM). Conjunto completo de Instrumentos de Medición y otros equipos acoplados para realizar mediciones específicas. [1,2]

Transductor de medición. Dispositivo que hace corresponder a una magnitud de entrada, una magnitud de salida, según una ley determinada. [1,2]

Por ejemplo, termopar, electrodo de pH, transformador de corriente.

Trazabilidad. Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón por la cual pueda ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas. [1,2]

Usuario. La organización que compra el instrumento incluyendo su gerente o director y su personal. [3]

Validación. Es la confirmación por examen y la provisión de evidencia objetiva de que se cumplen los requisitos particulares para un uso propuesto. [1]

Validación de método.

1. El proceso de establecer las características de desempeño y limitaciones de un método y la identificación de aquellas influencias que pueden modificar estas características y a que grado.

¿Qué analitos puede determinar el método?, ¿En qué matrices, en la presencia de qué interferencias? Dentro de estas condiciones que niveles de incertidumbre pueden alcanzarse.

2. El proceso de verificación de que un método es apropiado para su propósito.

[11]

10 Referencias.

1. “NMX Z 055 1996 IMNC
2. Vocabulario Internacional de Términos Fundamentales y Generales de Metrología, F. Pezet, J. Mendoza, Agosto, 2000.
3. “The Development and Application of Guidance on Equipment Qualification of Analytical Instruments”, Meter Bedson and Mike Sargent, Laboratory of Government Chemist, UK; J. of Accreditation and Quality Assurance 1:265-274, 1996.
4. “The Application of GLP Principles to Computer Systems”, GLP Advisory Leaflet Number 1; UK Department of Health 1995.
5. “GLP Consensus Document – The Application of the Principles of GLP to Computerised Systems” Environment monograph No. 116 OECD 1995.
6. “Validating Computer-Controlled Analytical Systems for Pharmaceutical Laboratories”; LC.GC int.; Vol 8, No10, October 1995.
7. “Validation of Computerised Liquid Chromatographic Systems”; W.B. Furman, T.P. Layoff and R.F. Tetzlaff (US FDA); J. AOAC Int. Vol 77. No 5, 1994.
8. “A Guide to Managing the Configuration of Computer Systems (Hardware, Software & Firmware) used in NAMAS accredited laboratories “NAMAS NIS 37 Edition 1, October 1993.
9. “Validation of computerised analytical systems”, L Huber, Interpharm, Buffalo Grove, IL., USA; 1995, 267 pages, ISBN: 0-935184-75-9, Hewlett-Packard, partnumber 5959-3879.
10. Standard Reference Materials, Handbook for Users, John K. Taylor, NIST Special Publication 260-100, 1993.
11. The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, EURACHEM 1998.