

VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DEL  
CONTENIDO DE SALES SOLUBLES EN LOS SUELOS UTILIZADO EN EL ÁREA DE  
ENSAYOS QUÍMICOS DEL LABORATORIO CONCRELAB S.A.S.

HERNANDO FABIO JUNIOR RAMÍREZ GUACANEME  
VALERIA SUÁREZ GONZÁLEZ

Proyecto integral de grado para optar al título de  
INGENIERO QUÍMICO

Directora  
ANGÉLICA JOHANNA RODRÍGUEZ REYES  
Ingeniera Química

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.

2022

## NOTA DE ACEPTACIÓN

---

---

---

---

---

---

---

Angélica Johanna Rodríguez Reyes

Firma directora

---

Nombre

Firma del presidente

---

Diego Alejandro Pérez Giraldo

Firma del Jurado

---

Adriana María Mesa Gómez

Firma del Jurado

Bogotá D.C., febrero 2022

## **DIRECTIVOS DE LA UNIVERSIDAD DE AMÉRICA**

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. MARIO POSADA GARCÍA- PEÑA

Consejero Institucional

Dr. LUIS JAIME POSADA GARCÍA-PEÑA

Vicerrectora Académica y de Investigación

Dra. ALEXANDRA MEJÍA GUZMÁN

Vicerrector Administrativo y Financiero

Dr. RICARDO ALFONSO PEÑARANDA CASTRO

Secretario General

Dr. JOSÉ LUIS MACÍAS RODRÍGUEZ

Decana Facultad de Ingeniería

Ing. NALINY GUERRA PRIETO

Directora Departamento de Ingeniería Química y Ambiental

Ing. NUBIA LILIANA BECERRA OSPINA

## AGRADECIMIENTOS

A Concrelab S.A.S., empresa entregada al servicio de calidad, quien sin su apoyo esta investigación no se hubiera realizado.

A nuestra directora, quien fue un faro de luz, encaminando constantemente nuestra investigación con sus conocimientos.

*Hernando Ramírez G y Valeria Suárez González*

Comenzar los agradecimientos sin mencionar inicialmente a mi mamá sería un ejercicio muy mal logrado, quien más sino ella, quien ha sido mi apoyo fundamental en toda mi vida con su amor y enseñanzas, la merecedora de todos mis agradecimientos.

A mi compañera, por su apoyo y risas durante todo este proceso.

A mi novia, mi compañera de vida, que gracias a su amor, compañía y voz de aliento fue un impulso para continuar en los momentos difíciles. Su participación constante en la construcción de este proyecto y que con sus ideas participó en la construcción de esta investigación y carrera.

*Hernando Ramírez G.*

A mis padres por apoyarme en cada una de las etapas de mi vida,

A Diego por acompañarme en este proceso.

Y, definitivamente, a mi compañero Hernando, porque sin él nada de esto sería una realidad.

*Valeria Suárez González*

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

## TABLA DE CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	14
OBJETIVOS	15
1. GENERALIDADES	16
1.1 Descripción de la empresa	16
1.1.1 <i>Misión y visión</i>	16
1.1.2 <i>Valores corporativos</i>	16
1.2 Laboratorio de ensayos químicos	17
1.2.1 <i>Ensayo de determinación del contenido de sales solubles</i>	17
2. MARCO DE REFERENCIA	19
2.1 Marco teórico	19
2.1.1 <i>Concreto</i>	19
2.1.2 <i>Eflorescencia y subeflorescencia</i>	20
2.1.3 <i>Sales solubles</i>	21
2.1.4 <i>Métodos analíticos</i>	22
2.1.5 <i>Validación de métodos analíticos</i>	23
2.2 Marco legal	24
2.2.1 <i>Norma técnica NTC – ISO/IEC 17025:2017</i>	24
2.2.2 <i>Norma técnica INV E – 158/13</i>	24
2.2.3 <i>Artículo 610/13 – Relleno para estructuras</i>	25
3. DIAGNÓSTICO DEL ESTADO ACTUAL DEL ENSAYO	26
3.1 Metodología para el diagnóstico	26
3.2 Cumplimiento de requisitos	27
3.3 Causas de las no conformidades	32
4. ACCIONES CORRECTIVAS	34
5. METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN	42
5.1 Selección del método	42
5.2 Reactivos, equipos y materiales	42

5.2.1 Reactivos	42
5.2.2 Equipos	43
5.2.3 Material de laboratorio	46
5.3 Procedimientos	49
5.4 Parámetros de validación	51
5.4.1 Linealidad	51
5.4.2 Límite de detección y cuantificación	54
5.4.3 Exactitud	55
5.4.4 Precisión	56
5.4.5 Intervalo de trabajo y sensibilidad	58
5.4.6 Selectividad	58
5.5 Descripción del experimento	59
5.5.1 Descripción de las variables	59
5.5.2 Diseño de experimentos	61
5.5.3 Arreglo factorial	61
6. EVALUACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE VALIDACIÓN	62
6.1 Generalidades	62
6.2 Linealidad	64
6.3 Límite de detección y límite de cuantificación	65
6.4 Exactitud	66
6.5 Precisión	67
6.5.1 Repetibilidad	67
6.5.2 Reproducibilidad	69
6.6 Intervalo de trabajo y sensibilidad	69
6.7 Selectividad	70
6.8 Resumen	70
7. DOCUMENTACIÓN DEL PROCESO DE VALIDACIÓN	72
7.1 Protocolo de validación	72
8. CONCLUSIONES	73
BIBLIOGRAFÍA	75
ANEXOS	78

## LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Ruptura de poro por subeflorescencia	20
Figura 2. Sales solubles que generan eflorescencia y subeflorescencia	21
Figura 3. Tipos de métodos analíticos según la técnica de medición	22
Figura 4. Tipos de métodos analíticos según carácter normativo	23
Figura 5. Parámetros de desempeño analítico	24
Figura 6. Estado de cumplimiento del capítulo 6	28
Figura 7. Estado de cumplimiento del capítulo 7	30
Figura 8. Resumen del cumplimiento del ensayo respecto de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017	32
Figura 9. Plan de acción para asegurar el cierre de brechas respecto de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017.	35
Figura 10. Reactivos utilizados en el ensayo	43
Figura 11. Equipos utilizados en el ensayo	43
Figura 12. Materiales de laboratorio utilizados en el ensayo	46
Figura 13. Diagrama de flujo del procedimiento para la preparación de muestras	49
Figura 14. Diagrama de flujo del procedimiento para la determinación del contenido de sales solubles	50
Figura 15. Parámetros de desempeño analítico a evaluar según tipo de método	51
Figura 16. Hipótesis nula y alternativa para evaluación de linealidad	54
Figura 17. Criterios de comparación del estadístico de prueba t – linealidad	54
Figura 18. Hipótesis nula y alternativa para análisis de varianza (ANOVA) de un factor - reproducibilidad	58
Figura 19. Criterios de comparación del estadístico de prueba F	58
Figura 20. Niveles de la variable contenido de sales	59
Figura 21. Niveles de la variable operario	60
Figura 22. Arreglo factorial 6x2	61



Figura 23. Resumen de resultados del diseño factorial de dos factores, 6x2 con tres réplicas	62
Figura 24. Resumen de métodos de cálculo y criterios de aceptación de los parámetros de desempeño analítico evaluados	63
Figura 25. Curva de calibración – linealidad	65
Figura 26. Resultados del porcentaje de recuperación – exactitud	67
Figura 27. Resultados del coeficiente de variación – repetibilidad	68
Figura 28. Resumen de resultados de los parámetros de desempeño analítico evaluados.	70

## LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Resumen de resultados evaluación de la linealidad	64
Tabla 2. Resumen de resultados evaluación del límite de detección (LDM) y límite de cuantificación (LCM)	66
Tabla 3. Datos para el cálculo de la exactitud	66
Tabla 4. Datos para el cálculo de la repetibilidad – precisión	68
Tabla 5. Datos para el cálculo de la reproducibilidad – precisión	69

## ABREVIATURAS

$r$	Coeficiente de correlación
$K_b$	Coeficiente de cuantificación del blanco
$r^2$	Coeficiente de determinación
$\%CV$	Coeficiente de variación
$S$	Contenido porcentual de sales solubles
$CID$	Coordinadora de investigación y desarrollo
$CM_E$	Cuadrados medios del error
$CM_F$	Cuadrados medios del factor
$s$	Desviación estándar de la muestra
$s_b$	Desviación estándar de la muestra de blancos
$F_0$	Estadístico de prueba distribución Fisher
$t_{cal}$	Estadístico de prueba distribución t-Student
$GLF$	Grados de libertad del error
$GLE$	Grados de libertad del factor
$g$	Gramos
$H_A$	Hipótesis alternativa
$H_0$	Hipótesis nula
$\alpha$	Incertidumbre
$a_0$	Intercepto con el eje de variables dependientes (y)
$1 - \alpha$	Intervalo de confianza
$I + D$	Investigación y desarrollo
$LCM$	Límite de cuantificación del método
$LDM$	Límite de detección del método
$M_{c2}$	Masa de cápsula después del lavado
$M_{c1}$	Masa de cápsula previo al lavado

$M_m$	Masa de muestra
$M_s$	Masa de sal agregada
$M_r$	Masa residual
$N/A$	No aplica
$N/R$	No registra
$n$	Número de datos resultados
$np$	Número de pareja de puntos
$a_1$	Pendiente de la línea recta
$\%R$	Porcentaje de recuperación
$p$	Probabilidad de ocurrencia de un evento
<b>SIG</b>	Sistema Integrado de Gestión
$\bar{y}$	Valor promedio de la variable dependiente
$\bar{x}$	Valor promedio de la variable independiente
$y_i$	Variable dependiente (respuesta del ensayo)
$x_i$	Variable independiente
$V$	Volumen de agua diluyente
$V_e$	Volumen de líquido extraído

## RESUMEN

Respondiendo a la necesidad de la empresa Concrelab S.A.S. de demostrar su capacidad y aptitud para la ejecución del método utilizado en el ensayo para la determinación del contenido de sales solubles, se realizó un diagnóstico del estado de cumplimiento de dicho ensayo respecto de la norma NTC – ISO/IEC 17025:2017 a través de una lista de chequeo de los requerimientos establecidos, donde se obtuvo un cumplimiento del 89%, resultados atribuibles al aseguramiento de la capacidad del personal, ejecución de los procedimientos adecuados y la integridad de equipos e instalaciones.

El incumplimiento encontrado está asociado a no conformidades que se centran en la baja gestión y poca organización y planeación de las actividades del área, son precisamente estos aspectos los que se atienden desde el plan de acción estructurado que busca satisfacer los requisitos de la norma.

Por otra parte, se corrió un diseño factorial completo 6x2 con tres replicas, que permitió obtener toda la información relevante en relación al efecto del contenido de sal en la muestra y el operario que realiza el ensayo.

Con base en estos resultados, se demostró que el método es lineal ( $r > 0,99$ ), exacto ( $95,0\% < \%R < 105,0\%$ ), preciso (demostrando su repetibilidad,  $\%CV < 3,7\%$ ; y reproducibilidad, a través de un ANOVA se comprobó que no hay diferencias significativamente estadísticas entre los datos) y, además, selectivo.

Finalmente, se validó el método del ensayo concluyendo que el laboratorio está en capacidad de ejecutarlo y los resultados obtenidos de este son válidos y confiables.

**Palabras clave:** Validación, Verificación, Sales solubles, norma ISO 17025:2017, parámetros de desempeño analítico.

## INTRODUCCIÓN

Concrelab S.A.S. es el laboratorio privado con mayor antigüedad en el país, se dedica a la realización de ensayos y pruebas de materiales y calibración de equipos, dirigido al sector de la construcción. Está conformado por diferentes laboratorios, el más nuevo es el laboratorio de ensayos químicos creado en el 2018 para dar respuesta a las necesidades de los clientes de conocer de forma específica el contenido y presencia de ciertos compuestos en el concreto, agregados, suelos y demás materiales.

Entre los servicios desarrollados por esta área se encuentra el ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos, con el fin de establecer el nivel de aptitud del material para el fin requerido. Ahora bien, en línea con los requisitos de la norma técnica NTC – ISO/IEC 17025:2017, es deber del laboratorio demostrar su capacidad y aptitud para la ejecución de un método analítico y que los resultados obtenidos de este son válidos y confiables.

Por todo esto, nace la necesidad de validar el método utilizado en el ensayo anteriormente mencionado. Para ello se comenzó con el diagnóstico del nivel de cumplimiento del ensayo respecto de la norma técnica arriba mencionada. Identificados los requisitos incumplidos se estructuró un plan de acción que atendiera las no conformidades.

Posteriormente, a través de una serie de experimentos se evaluaron diferentes parámetros de desempeño analítico, los sugeridos por el Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos – Invima para método gravimétricos; con el fin de garantizar la evidencia estadística y validar el método.

Finalmente, con el fin de asegurar la información del proceso de validación se creó el Protocolo de Validación, documento que reúne la información clave de la metodología desarrollada, para que pueda ser consultada y verificada por los operarios, siendo una guía en futuros eventos de revalidación al modificar las condiciones operativas actuales.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Validar el método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Diagnosticar el estado actual del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S. respecto de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017.
- Determinar las acciones correctivas para que el ensayo que determina el contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S. cumpla con los requisitos de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017.
- Evaluar los parámetros de validación del método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S.
- Generar la documentación del proceso de validación del método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S.

# 1. GENERALIDADES

## 1.1 Descripción de la empresa

Concrelab S.A.S. es el laboratorio privado con mayor antigüedad en el país, se dedica a la realización de ensayos y pruebas de materiales y calibración de equipos. Debido a la certificación en la norma técnica NTC-ISO/IEC 17025:2017 en gran parte de sus servicios se ha convertido en un aliado estratégico de sus clientes. Su sede principal se encuentra en Bogotá D.C., en la calle 63d #71a – 70.

### 1.1.1 Misión y visión

Con el fin de asegurar la calidad en sus servicios, Concrelab ha orientado sus políticas de calidad con base en la misión: entregar a nuestros clientes resultados confiables de la calidad de sus materiales y equipos [1]. Así mismo, su plan a futuro se ve reflejado en la visión propuesta: “ser el aliado No. 1 de nuestros clientes en el control de calidad; siendo reconocidos a nivel nacional por la mejor relación precio / valor” [1].

### 1.1.2 Valores corporativos

Con el fin de entregar resultados confiables acerca de la calidad de los materiales y equipos, el laboratorio dirige todas sus actividades bajo los siguientes valores [1]:

- Respeto: relacionamiento asertivo con los miembros de la empresa, clientes y proveedores: aceptando las diferencias y valorando el trabajo de los demás.
- Confiabilidad: realizar las actividades y operaciones diarias basándose en métodos adecuados, actuando con honestidad y transparencia.
- Profesionalismo: trabajar de manera ética y especializada con total compromiso, medida, responsabilidad y autonomía.
- Imparcialidad: abstenerse de consideraciones subjetivas, otorgando resultados con base en la verdad, con criterio; sin influencias, sesgos o prejuicios.



- Pasión: trabajar con esmero y alto sentido de pertenencia, esforzándose por entregar lo mejor de cada uno para ofrecer servicios de calidad.
- Innovación: buscar la mejora continua a través de ideas diferentes para lograr resultados sostenibles y sobresalientes.

La empresa desde que fue fundada en 1974 con los laboratorios de Concretos y Patologías ha aumentado su portafolio con el fin de prestar un servicio más integral y completo que ayude a generar valor. Al día de hoy cuenta con nueve laboratorios: concretos, metrología, geotecnia, ensayos mecánicos, pavimentos, petrografía, patología, ensayo en obra y, el más reciente de todos, ensayos químicos.

## **1.2 Laboratorio de ensayos químicos**

El área de ensayos químicos fue creada en el 2018 para dar respuesta a las necesidades de los clientes de conocer de forma específica el contenido y presencia de ciertos compuestos en el concreto, agregados, suelos y demás materiales.

El laboratorio se encuentra dotado con todos los equipos, instrumentos, materiales y reactivos para el desarrollo de sus actividades, dentro de sus servicios ofrece más de 40 ensayos entre operaciones directas y subcontratadas. Los principales ensayos directos son: sulfatos en agregados, trióxido de azufre en cementos, pH de los suelos y agua, contenido de sales solubles y parámetros de calidad del agua para mezclas de concreto.

### ***1.2.1 Ensayo de determinación del contenido de sales solubles***

El ensayo de determinación del contenido de sales solubles en muestras de suelos sigue el método descrito en la norma técnica INV E-158 versión 2013 expedida por el Instituto Nacional de Vías – INVIAS, con este se pretende determinar la presencia de dichos compuestos mediante el tratamiento con agua destilada y la correspondiente disolución.

El procedimiento tiene como fin determinar el contenido porcentual de sales solubles en una muestra de suelo, de tal manera que al ser comparado con valores de referencia se pueda definir si este es apto, o no; para ser empleado como relleno de estructuras, de acuerdo con los requisitos establecidos en el capítulo 6 “especificaciones generales de construcción de carreteras INVIAS”, es por ello que dicho ensayo debe realizarse en las etapas iniciales de una obra.

El método analítico en que se basa este ensayo es de tipo gravimétrico, y consiste en pesar el residuo, obtenido por evaporación, de una cantidad proporcional del extracto acuoso de la muestra, donde se obtiene el porcentaje de sales solubles respecto a la masa de la muestra de suelo seco.

En la actualidad, este ensayo no ha sido validado dentro del laboratorio y esto ha impedido la acreditación del mismo en la norma técnica NTC-ISO/IEC 17025:2017.

Dado lo anterior, es necesario el desarrollo de la validación del método para asegurar que los resultados obtenidos son precisos y confiables, generando valor en el momento de la toma de decisiones de los clientes. Aunado a esto, lograr la acreditación permite aumentar la propuesta de valor del área de ensayos químicos al garantizar la calidad de los servicios prestados.

## 2. MARCO DE REFERENCIA

### 2.1 Marco teórico

#### 2.1.1 Concreto

El concreto se define como un “material compuesto que consiste esencialmente en un medio aglutinante, como una mezcla de cemento [...] y agua, dentro del cual se encuentran incrustadas partículas o fragmentos de agregado, generalmente una combinación de agregado fino y grueso” [2].

2.1.1.a Cemento. Existen diferentes clases de cemento, pero el cemento Portland es el más utilizado. Este es un tipo de cemento hidráulico que fragua y endurece por reacción química con el agua [2]. Este material cumple la función de ser el agente aglutinante (como un pegamento) de los ingredientes del concreto y es fundamental para la resistencia mecánica del mismo. Está compuesto principalmente de cuatro minerales: silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico y aluminoferrita tetracálcica [2].

2.1.1.b Agregados. Este es un material granular donde se destacan la arena, grava, piedra triturada o escoria de alto horno de hierro. Su clasificación se hace en función del tamaño de partícula, el material que pasa a través de la malla N° 4 se clasifica como agregado fino o arena, y el retenido como agregado grueso [2]. Los agregados constituyen, generalmente, entre el 70-80% del concreto [2], por lo que las propiedades de estos determinarán en gran parte las propiedades del concreto.

Debido a las propiedades del concreto, como su durabilidad, resistencia a la compresión, cohesividad, baja conducción al calor y electricidad es el material más utilizado en la construcción [2][3]. De otro lado, debido a las condiciones ambientales que puede enfrentar este material puede verse alterado por acción de ataques físicos, mecánicos y químicos [4], dentro de este último grupo se encuentra la eflorescencia y subeflorescencia.

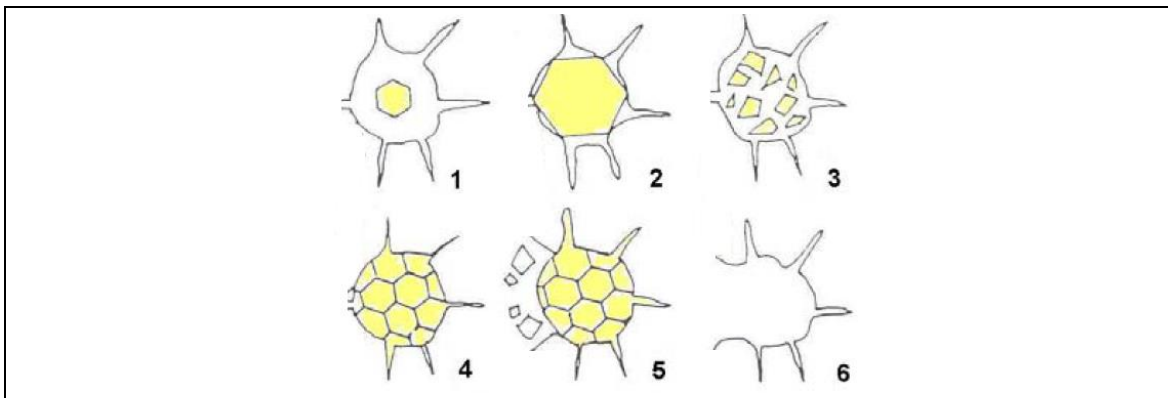
### 2.1.2 Eflorescencia y subeflorescencia

La eflorescencia y la subeflorescencia (también conocida como criptoeflorescencia) son un tipo de patología que alteran la durabilidad y resistencia del concreto, se presentan al darse la cristalización de sales solubles en los poros del concreto, cuando está ocurre en la superficie del material se conoce como eflorescencia y cuando ocurre en el interior del mismo, criptoeflorescencia [4][5].

El efecto que causa la primera es sobre todo visual o estético, en tanto que se forma un polvo o manchas blancas en la superficie del material alterando su apariencia [6]. Sin embargo, la segunda puede tener efectos estructurales, en tanto que, si el espacio de los poros no es lo suficientemente amplio para albergar o permitir la formación de los cristales, el aumento de volumen de estos hace que se creen tensiones sobre la pared del poro llegando a fracturarlas, generando pérdida en la cohesión del material y aumento de la posibilidad de fatiga en el mismo [7].

**Figura 1.**

*Ruptura de poro por subeflorescencia.*



**Nota.** Proceso de ruptura de poro a causa del crecimiento de cristales debido a un fenómeno de subeflorescencia. Tomado de A. García Casco. (Feb. 13, 2020) "Tema 10: efectos debidos a las sales solubles". [En línea] <https://cutt.ly/9ckoXPw> [Acceso: abr. 04, 2021].

Lo anterior se puede ejemplificar en la Figura 1, el proceso inicia con la formación de cristales en el interior del poro (1), luego se da el crecimiento del cristal en el interior (2), al encontrar el límite del espacio se produce la fracturación del cristal (3) para

continuar con el crecimiento de las partículas (4), llegando el punto en que se produce la rotura del poro por las fuerzas de cristalización contra las paredes de este (5 – 6).

Es así como CEMEX propone que parte de las acciones preventivas, para evitar la presencia de esta patología, es procurar que los agregados y agua que se utilizan en la formulación del concreto estén libres de sales solubles [6]. De aquí la importancia de evaluar el contenido de estos compuestos en dichos materiales.

### 2.1.3 Sales solubles

La presencia de sales solubles en el concreto puede deberse a la presencia de estas en los materiales que lo formulan (cemento, agua o agregados, generalmente en estos últimos dos) [6] o por factores externos, como el ambiente circundante [7]. Ahora bien, cualquiera que sea su origen, las sales solubles más comunes en el concreto y que pueden originar la eflorescencia o subeflorescencia son los “sulfatos, carbonatos, cloruros, nitratos y nitritos de sodio, potasio, calcio, magnesio y amonio, con grados variables de hidratación” [7], todas en forma de minerales.

**Figura 2.**

*Sales solubles que generan eflorescencia y subeflorescencia.*

CARBONATOS		SULFATOS	
Calcita	CaCO <sub>3</sub>	Yeso	CaSO <sub>4</sub> ·2 H <sub>2</sub> O
Siderita	FeCO <sub>3</sub>	Basanita	CaSO <sub>4</sub> ·0.5 H <sub>2</sub> O
Dolomita	CaMg(CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Epsomita	MgSO <sub>4</sub> ·7 H <sub>2</sub> O
Magnesita	MgCO <sub>3</sub>	Hexahidrita	MgSO <sub>4</sub> ·6 H <sub>2</sub> O
Nesquehonita	MgCO <sub>3</sub> ·3H <sub>2</sub> O	Kieserita	MgSO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O
Lansfordita	MgCO <sub>3</sub> ·5H <sub>2</sub> O	Dodecahidrita	MgSO <sub>4</sub> ·12H <sub>2</sub> O
Hidromagnesita	Mg <sub>5</sub> [OH(CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O	Darapskita	Na <sub>3</sub> (SO <sub>4</sub> )(NO <sub>3</sub> )·H <sub>2</sub> O
Heptahidrita	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ·7H <sub>2</sub> O	Miralbita	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ·10H <sub>2</sub> O
Natrón	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ·10H <sub>2</sub> O	Thenardita	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Thermonatrita	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O	Arcanita	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Nahcolita	NaHCO <sub>3</sub>	Bloedita	Na <sub>2</sub> Mg(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O
Kalcinita	KHCO <sub>3</sub>	Boussingaultita	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> Mg(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O
Trona	Na <sub>3</sub> H(CO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·2H <sub>2</sub> O	Picromerita	K <sub>2</sub> Mg(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O
CLORUROS		SULFATOS	
Bischofita	MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	Syngenita	K <sub>2</sub> Ca(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O
Antarcticita	CaCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	Görgeyita	K <sub>2</sub> Ca <sub>5</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> ·H <sub>2</sub> O
Tachyhidrita	CaMg <sub>2</sub> Cl <sub>6</sub> ·12H <sub>2</sub> O	Aphthitalita	K <sub>3</sub> Na(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>
Halita	NaCl	Ettringita	Ca <sub>6</sub> Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> (OH) <sub>12</sub> ·26H <sub>2</sub> O
Silvita	KCl	Thaumasita	Ca <sub>3</sub> Si(CO <sub>3</sub> )(SO <sub>4</sub> )(OH) <sub>6</sub> ·12H <sub>2</sub> O

**Figura 2.** (Continuación)

NITRATOS		OXALATOS	
Nitrocalcita	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Whewellita	$\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}$
Nitromagnesita	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Weddellita	$\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Nitratita	$\text{NaNO}_3$		
Nitro ( <i>salitre</i> )	$\text{KNO}_3$		
Nitro amónico	$\text{NH}_4\text{NO}_3$		

**Nota.** Sales solubles comúnmente encontradas en diferentes minerales presentes en los materiales de construcción. Tomado de A. García Casco. (Feb. 13, 2020) “*Tema 10: efectos debidos a las sales solubles*”. [En línea] <https://cutt.ly/9ckoXPw> [Acceso: abr. 02, 2021].

### 2.1.4 Métodos analíticos

Un método analítico se puede definir como un procedimiento utilizado para analizar una muestra con el fin de determinar la presencia, y en algunos casos la identidad y concentración, de un constituyente específico en dicha muestra (analito) [8]. Parte del método incluye “información sobre la toma, transporte y almacenamiento de muestras; y define los procedimientos para concentrar, separar, identificar y cuantificar los componentes incluidos en la muestra; especifica qué criterios de control de calidad han de alcanzar los datos analíticos y especifica como construir los informes analíticos” [8].

**Figura 3.**

*Tipos de métodos analíticos según la técnica de medición.*

MÉTODO	DESCRIPCIÓN
Normalizados	Método analítico desarrollado por un organismo de normalización u otro organismo reconocido cuyos métodos son generalmente aceptados por el sector técnico correspondiente.
No normalizados	Método analítico desarrollado por un tercero o que ha sido adaptado por el laboratorio a partir de un método normalizado.
Desarrollo interno dentro del ente	Método analítico que no se encuentra en normas u otras colecciones de métodos, ni en publicaciones de terceros, habiendo sido desarrollado por el propio laboratorio.

**Nota.** Definición de los tipos de métodos analíticos según el criterio de técnica de medición.

2.1.4.a Tipos de métodos analíticos. La clasificación de estos puede hacerse según su carácter normativo y la técnica de medición. Según el primer criterio se encuentran los métodos: normalizados, no normalizados y desarrollados a nivel interno, ver la Figura 3. Respecto al segundo, se pueden encontrar de forma general los métodos: gravimétricos, volumétricos y espectrofotométricos, ver la Figura 4.

**Figura 4.**

*Tipos de métodos analíticos según carácter normativo.*

MÉTODO	DESCRIPCIÓN
Gravimétrico	Métodos que a través de procedimientos de medición de la masa identifican la presencia y cantidad de un analito.
Volumétrico	Métodos que determinan la presencia y cantidad del analito a través de la determinación del "volumen requerido de una solución estándar para completar una reacción particular en una cantidad conocida de muestra, mediante el uso de indicadores" [9].
Espectrofotométrico	Métodos que determinan la presencia y cantidad del analito en función de la capacidad del sistema de absorber radiación del espectro electromagnético en el rango visible, 380-750 nm.

**Nota.** Definición de los tipos de métodos analíticos según el criterio de carácter normativo.

### **2.1.5 Validación de métodos analíticos**

El ICONTEC define una validación como la generación y contribución de evidencia objetiva de que un ítem dado satisface los requisitos especificados [10]. Esta, hace referencia al desarrollo de un proceso que permita verificar el desempeño de dicho método en el laboratorio, en otras palabras, se debe determinar que el laboratorio está en la capacidad de ejecutar dicho método y que los resultados obtenidos son válidos y confiables. Como se plantea, el laboratorio debe confirmar que puede operar adecuadamente los métodos normalizados antes de introducir los ensayos o calibraciones [11].

2.1.5.a Parámetros de desempeño analítico. Los parámetros y su descripción se encuentran en la Figura 5 [12], la evaluación de los mismos en una validación dependen de la naturaleza del método y alcance de la misma.

**Figura 5.**

*Parámetros de desempeño analítico.*

PARÁMETRO	DESCRIPCIÓN
Selectividad; Especificidad	Capacidad de evaluar, medir e identificar simultanea o separadamente, de manera inequívoca el o los analitos de interés sin interferencias de impurezas.
Exactitud	Grado de concordancia de los resultados del ensayo con el valor real o la proximidad al valor real de los resultados obtenidos por el procedimiento.
Límite de detección	Menor concentración de analito en una muestra que puede ser detectada por una única medición, bajo las condiciones experimentales establecidas.
Límite de cuantificación	Menor concentración o cantidad de analito de una muestra que puede ser determinada con aceptable precisión y exactitud bajo las condiciones experimentales establecidas.
Linealidad	Capacidad para obtener resultados de prueba que sean proporcionales ya sea directamente, o por medio de una transformación matemática bien definida, a la concentración de analito en muestras en un intervalo dado.
Precisión	Grado de concordancia entre los valores de una serie repetida de ensayos efectuados sobre una muestra homogénea o, expresado en otra forma, la distribución de los valores analíticos alrededor de la media.

**Nota.** Definición de los parámetros de desempeño analítico (o parámetros de validación). Tomado de INSTITUTO DE SALUD PUBLICA, *Res. Exenta 201/2015 Guía técnica para la realización de la validación de métodos de ensayo*. Santiago de Chile: Instituto de Salud Pública, 2015.

## **2.2 Marco legal**

### **2.2.1 Norma técnica NTC – ISO/IEC 17025:2017**

La norma técnica NTC – ISO/IEC 17025:2017, expedida por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación – ICONTEC, especifica los requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, de modo que los resultados que se emitan sean válidos y confiables.

Haciendo un enfoque en los capítulos 6 y 7, el primero de estos hace referencia a los requisitos relativos a los recursos (personal, condiciones ambientales, equipos, trazabilidad, entre otros) y, el último, es relativo a los requisitos del proceso (revisión de solicitudes, verificación y validación de métodos, muestreo, entre otros) [10].

### **2.2.2 Norma técnica INV E – 158/13**

El ensayo para la determinación de la cantidad de sales solubles en el suelo realizado en Concrelab S.A.S. sigue el método determinado por la norma técnica INV E



– 158/13 la cual tiene por objeto “[...] describir un procedimiento de ensayo que permite determinar el contenido de sales en los suelos mediante el tratamiento con agua destilada y la correspondiente disolución” [13].

Así, el método utilizado se resume de la siguiente manera: “el contenido de las sales de los suelos se determina pesando el residuo, obtenido por evaporación, de una cantidad proporcional del extracto acuoso del mismo” [13]. Resumiendo, la importancia de esta norma es que el método aplicado en el ensayo para la determinación del contenido de sales solubles se rige por esta.

### **2.2.3 Artículo 610/13 – Relleno para estructuras**

El Instituto Nacional de Vías (INVIAS) en el Artículo 610/13 “Relleno para estructuras” da los lineamientos de los materiales, equipos y ejecución de trabajos para la realización de “rellenos lo largo de estructuras de concreto” [14]. La importancia de este artículo es que en él se expone el límite máximo permisible de sales solubles en el suelo, el cual es del 0,2% de cantidad de sales solubles respecto de masa de suelo seco [14].

### **3. DIAGNÓSTICO DEL ESTADO ACTUAL DEL ENSAYO**

Con el fin de atender el primer objetivo planteado, en este capítulo se aborda el estado actual en el que se encuentra el ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos respecto a la norma de calidad NTC-ISO/IEC 17025:2017, frente a los capítulos 6 y 7 referentes a los requisitos relativos a los recursos y los requisitos del proceso, respectivamente.

#### **3.1 Metodología para el diagnóstico**

El diagnóstico se realizó a través del diligenciamiento de una herramienta creada para esta investigación, cuyo fin es facilitar la auto evaluación referente al cumplimiento de los requisitos exigidos por la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017; es un documento Excel que presenta una lista de chequeo que recorre cada uno de los ítems de los capítulos 6 y 7 de dicha norma. En la herramienta se califica el grado de cumplimiento que tiene el ensayo respecto a los requerimientos de la norma teniendo tres posibles valores:

- Cumplimiento completo: situación en la que se han realizado todas las acciones requeridas, se poseen las evidencias suficientes y se tienen en la actualidad resultados eficaces de cumplimiento del requisito.
- Cumplimiento parcial: situación en la que se ha realizado al menos una acción o actividades requeridas, no se poseen evidencias suficientes o a pesar de obtener resultados, estos no son eficaces.
- Ninguno: situación en la que no se encuentra ninguna acción o actividad relacionada, no se poseen evidencias ni resultados relacionados con el requisito.

El diligenciamiento de la herramienta se realizó teniendo en cuenta la información recopilada de reuniones con el jefe del laboratorio, la coordinadora de investigación y

desarrollo (CID) y el auxiliar de laboratorio, la revisión del laboratorio de ensayos químicos, la observación de la realización del ensayo, la evaluación de formatos, instructivos, procedimientos y manuales pertenecientes al Sistema Integrado de Gestión (SIG). La información presentada a continuación se construyó con base en el ANEXO 1 y ANEXO 2.

### **3.2 Cumplimiento de requisitos**

Respecto al capítulo 6 se determinó que el ensayo tiene un cumplimiento global del 93%, el cumplimiento por sección de este capítulo se puede apreciar en la Figura 6. Este resultado se debe a que en el laboratorio de ensayos químicos se ha logrado asegurar que el personal que ejecuta el ensayo tiene las competencias, habilidades y formación necesarias para ello, esto a través del procedimiento de selección de personal y la política de formación de este.

Así mismo, se ha logrado asegurar que el ambiente en el cual se mantienen las muestras y se realizan los ensayos, no invalida los resultados ni afecta la calidad de las mediciones. En tanto que las instalaciones cumplen con los requisitos de espacio, almacenamiento de muestras y área de trabajo, y las condiciones ambientales son registradas durante el día para tener un seguimiento y trazabilidad de las mismas.

Igualmente, el laboratorio cuenta con todos los equipos necesarios para la ejecución del ensayo, estos se encuentran codificados e inventariados; y a través del programa de calibración, verificación y mantenimiento de equipos da alcance al cumplimiento de los requerimientos para garantizar que los equipos utilizados en el ensayo de determinación del contenido de sales solubles se puedan utilizar.

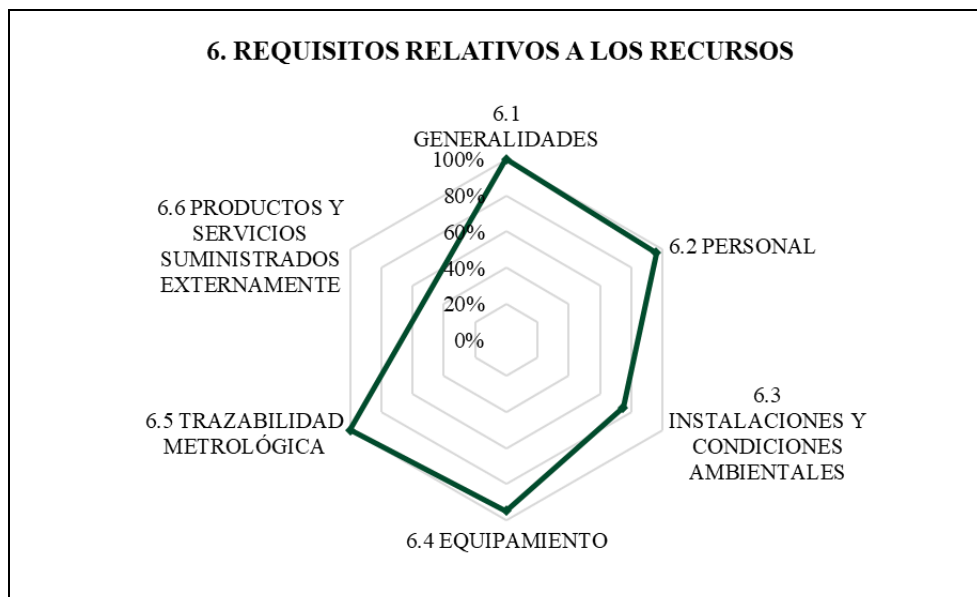
A su vez, se tienen los manuales técnicos y de operación, los cuales están disponibles para el personal que los opera. Los equipos son calibrados y/o verificados según corresponda, antes de ponerlos en servicio, con el fin de asegurar que cumplen con los requerimientos técnicos para la ejecución del método de ensayo.

Del mismo modo, las calibraciones y mediciones son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI), ya que los equipos son calibrados por organismos debidamente acreditados bajo los lineamientos de la norma vigente ISO/IEC 17025. Para

mantener la confianza en el estado de calibración de los equipos, se realizan comprobaciones intermedias contra patrones de trabajo de acuerdo con los procedimientos establecidos, al igual que mantenimientos preventivos programados.

**Figura 6.**

*Estado de cumplimiento del capítulo 6.*



**Nota.** Cumplimiento del capítulo 6 Requisitos relativos a los recursos disgregado por sección del capítulo.

Ahora bien, los requerimientos que no se están cumpliendo están enfocados en la falta de:

- Reuniones del jefe de laboratorio con el equipo para definir las tareas, actividades, responsables, entregables y tiempos; y su correspondiente flujo de trabajo.
- Documentación de algunos procedimientos que se ejecutan en la realidad, pero no tienen las evidencias que lo soportan.
- Señalización en los equipos para conocer su estado in situ, sin necesidad de ir a los archivos y verificar las hojas de vida de los mismos, facilitando la manipulación de los mismos.

- Plan de mantenimiento integrado, el cual permita la organización del laboratorio de ensayos químicos para garantizar la ejecución de las actividades del mismo (incluido el ensayo para la determinación del contenido de sales solubles) y el estado óptimo de los equipos, respondiendo así a las necesidades técnicas y comerciales.

Respecto al capítulo 7 se determinó que el ensayo tiene un cumplimiento global del 84%, el cumplimiento por sección de este capítulo se puede apreciar en la Figura 7. Este resultado se debe a que en el laboratorio de ensayos químicos se ha logrado asegurar la prestación del servicio del ensayo de manera imparcial a todos sus clientes, revisando y evaluado todas las solicitudes de forma individual, esto se logra a través de la implementación de los procedimientos para definir los requisitos del cliente, garantizar la capacidad del laboratorio y la idoneidad del método utilizado.

De la mano con esto, el método utilizado para la ejecución del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles está normalizado, al seguir lo dispuesto por la norma técnica INVIAS INV E 158/13, asegurándose siempre de utilizar la última versión de la misma.

Paralelamente, a través del procedimiento para el ingreso y manejo de muestras de ensayo se ha logrado asegurar la adecuada recepción, manipulación, almacenamiento, conservación y disposición o devolución de estas; de tal forma que se garantice la protección e integridad de las mismas y su no contaminación. De la mano con esto, el registro de las muestras permite su identificación sin lugar a equivocaciones o ambigüedades evitando que estas sean confundidas, logrando así fortalecer la operación del ensayo.

Además, con el fin de proporcionar evidencia de las actividades y formalizar la trazabilidad de estas [15] el laboratorio documenta todos los registros técnicos que conservan los informes y los resultados finales del ensayo de determinación del contenido de sales solubles.

Respecto a los informes de resultados, para garantizar que la información expedida por el laboratorio acerca del ensayo sea veraz, la liberación de estos requiere una revisión para validarlos (un funcionario diferente a quien lo elaboró) y una revisión para autorizarlos (un funcionario diferente a los dos anteriores). Y, para evitar errores en

la interpretación, los resultados son reportados de forma exacta, clara, sin ambigüedades y objetivamente utilizando el formato estandarizado “F-812 INF INV E 158-13 Sales solubles”, cumpliendo con los requisitos de la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017.

**Figura 7.**

*Estado de cumplimiento del capítulo 7.*



**Nota.** Cumplimiento del capítulo 7 Requisitos relativos al proceso disgregado por sección del capítulo.

Uno de los pilares de la operación del laboratorio es la satisfacción de los requerimientos del cliente, por lo cual, se dispone de un proceso para la atención de las quejas que se puedan presentar frente a los aspectos del servicio relacionados con la operación coherente, competencia del laboratorio y los requisitos acordados con cliente.

Dicho procedimiento se encuentra documentado en el "PC-07 Procedimiento para atención de quejas" por medio del cual se establece como recibir, registrar, analizar y responder las solicitudes y quejas de los clientes.

Buscando asegurar la calidad, confiabilidad y competencia en la ejecución del ensayo, el laboratorio de ensayos químicos identifica y da el tratamiento adecuado a cualquier aspecto en los trabajos y los resultados de éstos que no cumpla con los requisitos acordados con el cliente. A través del procedimiento "PC-06 Procedimiento

para control de trabajos no conformes" se establecen las acciones a seguir para los trabajos no conformes generados en la ejecución de las actividades del ensayo. El tratamiento de estos es responsabilidad del jefe de Laboratorio.

Se debe mencionar que el personal que ejecuta el ensayo de determinación del contenido de sales solubles tiene los permisos necesarios para acceder a la información necesaria para el desarrollo del mismo, teniendo acceso a la base de datos interna del SGC (Formatos, Procedimientos, Procedimiento de ensayo), SAP, Normas y Bibliografía.

Anualmente, el jefe del Laboratorio realiza la verificación de las hojas electrónicas (plantillas Excel) utilizadas para el cálculo de resultados de ensayo y calibración, haciendo uso del formato de "Verificación manual hojas de cálculo (prueba de escritorio) F-590". Finalmente, el almacenamiento, protección y transmisión de datos se realiza tal y como está descrito en el "Procedimiento para control de registros PC-05" y en el "Procedimiento de imparcialidad, confidencialidad e integridad PC-10".

Ahora bien, los requerimientos que no se están cumpliendo están enfocados en la falta de:

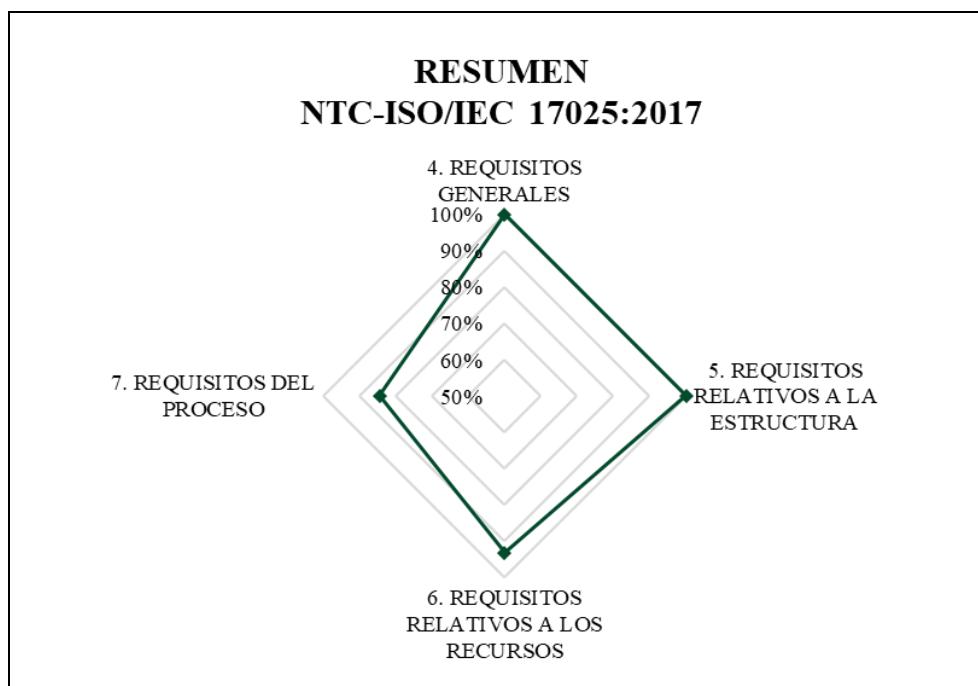
- Verificación del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos.
- Medición de la incertidumbre del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos.
- Plan de aseguramiento de la validez de los resultados del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos.
- Completar el formato de informe de resultados del del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos.

Culminada la evaluación por capítulo, se presenta la Figura 8 que resume el nivel de cumplimiento por capítulo de la norma con el fin de apreciar el estado general. Para finalizar, respecto al nivel de cumplimiento del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos respecto a los requerimientos de la norma de calidad NTC – ISO/IEC 17025/2017, se logra observar que se ha logrado cumplir en un 89% en promedio.

De este modo, el trabajo para elevar el nivel de cumplimiento se debe enfocar en crear planes de trabajo que busquen el cierre de las brechas encontrada a través de la definición de las actividades necesarias, asignando responsables, tiempos y recursos; aunado a esto se debe realizar un seguimiento riguroso a la ejecución de los mismos de modo que se logre aumentar la gestión por parte del equipo y asegurar el cumplimiento de los compromisos adquiridos, y su vez los requerimientos de la norma.

**Figura 8.**

*Resumen del cumplimiento del ensayo respecto de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017.*



**Nota.** Cumplimiento general de la norma técnica NTC – ISO/IEC 17025/2017 disgregado por capítulo.

### 3.3 Causas de las no conformidades

Como se evidenció, en la actualidad existen una serie de incumplimientos respecto a los requerimientos exigidos por la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017. Antes de continuar es necesario definir cuáles han sido las causas de estas situaciones de modo que se atiendan desde la raíz y poder solucionarlas.



A través de sesiones de trabajo con la coordinadora de investigación y desarrollo y la jefe del laboratorio; y utilizando metodologías de causa y efecto (como espina de pez, los 5 porqués, etc.) se lograron definir tres categorías principales: gestión, talento humano y tiempo.

Respecto a la dirección del laboratorio, se identificó una gestión deficiente por parte de esta en tanto que hay poca planeación del trabajo que garantice la coordinación de las diferentes actividades llevadas a cabo por el laboratorio. Unido a esto, tampoco se realizan sesiones con el equipo para organizar su operación, designar tareas específicas y realizar seguimiento a las mismas.

Aunado a lo anterior, el aumento considerable del 48% en los servicios contratados por los clientes, aun cuando supone una noticia positiva para el laboratorio, pone en jaque su capacidad operativa en tanto que se ve limitado físicamente por los recursos humanos y el tiempo disponibles.

En la actualidad, el laboratorio de ensayos químicos está conformado por tres funcionarios: la jefe del laboratorio, la coordinadora de investigación y desarrollo y un auxiliar de laboratorio. El crecimiento en las actividades y ensayos no se ha visto traducido en un aumento del número de trabajadores, de hecho, se mantiene la misma cantidad desde hace tres años, lo que supone una limitación física en tanto que no dan abasto con la cantidad de trabajo que deben realizar.

Así mismo, las exigencias de cumplimiento de los ensayos y de las actividades de direccionamiento e investigación y desarrollo completan absolutamente el tiempo disponible de los trabajadores, de modo que es muy difícil llevar a cabo diferentes actividades a las ya mencionadas, y peor aun cuando no se realiza una planeación adecuada de la mismas.

Así pues, son estos ítems los que deben ser abordados para garantizar las condiciones necesarias que debe tener el laboratorio con el fin de aplicar las acciones correctivas y lograr el cumplimiento de la norma.

## 4. ACCIONES CORRECTIVAS

Con el fin de atender el segundo objetivo planteado, en este capítulo se abordan las acciones correctivas a seguir para asegurar que el ensayo que determina el contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S. cumpla con los requisitos de la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017.

Como se mencionó en el capítulo anterior, el incumplimiento de los requisitos de la norma ha generado una serie de no conformidades, lo que se traduce en la necesidad de plantear y ejecutar una serie de acciones correctivas, ya que éstas se definen como las acciones para eliminar la causa de una no conformidad y evitar que vuelvan a ocurrir [15].

Con el fin de abarcar las diferentes no conformidades que fueron identificadas, junto a la coordinadora de investigación y desarrollo se planteó y validó un plan de acción que está compuesto por cuatro etapas. La primera de ellas, como lo recomienda Rincón, está enfocada en lograr el compromiso y apoyo de la dirección estratégica del laboratorio de modo que se genere el ambiente y la declaración de las guías básicas para todo el proyecto de implementación [16].

La segunda etapa está orientada hacia la ejecución del plan de acción representado en la Figura 9, donde se definen las actividades a realizar, las metas esperadas, los procesos involucrados y los responsables. Cabe mencionar que la definición de tiempos (cronograma) y gastos asociados al plan está fuera del alcance de la investigación, su cálculo es asumido por la empresa.

La tercera etapa hace alusión al proceso de evaluación de los resultados del plan de acción, midiendo su eficacia durante su implementación y el grado de apropiación del mismo en el laboratorio (cabe resaltar que los indicadores de medición son designados por la empresa ya que se ajustarán con el ciclo de evaluación del proceso interno de gestión de calidad). Finalmente, la cuarta etapa consta del aseguramiento y documentación de los resultados, de forma que se logre hacer un seguimiento a los mismos.

**Figura 9.**

*Plan de acción para asegurar el cierre de brechas respecto de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017.*

PLAN DE ACCIÓN					
Sección de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017	¿QUÉ NOS FALTA?	ACTIVIDADES	Descripción Metas Resultados esperados	Procesos involucrados	Responsables
6.1 GENERALIDADES	- * NPH				
6.2 PERSONAL	- Reuniones de área sistematizadas.	- Definir agenda de reuniones sistemáticas. - Crear las reuniones en el cronograma de forma semanal. - Realizar las actas de reunión para el registro de las mismas. - Realizar seguimiento de compromisos adquiridos.	- Reuniones sistemáticas semanales de área agendadas- Con actas que definen tareas asignadas, responsables, entregables y tiempos, para permitir la trazabilidad y seguimiento a la gestión.	- Gestión Administrativa. - Direcccionamiento.	- Auxiliar de laboratorio. - Coordinadora I+D. - Jefe de Laboratorio.
	- Aumentar los recursos humanos.	- Definir la necesidad actual de recursos humanos (cantidad, competencias, formación, experiencia, etc.). - Identificar el gap entre la necesidad y los recursos humanos disponibles. - Reunión con el Gerente Técnico para notificar la necesidad de cubrir el gap de personal. - Presentar necesidad a la Gerencia General para aprobación de incorporación de personal requerido. (De lograr la aprobación) - Realizar la solicitud a Talento Humano para iniciar el proceso de incorporación. - Asegurar la incorporación del nuevo talento. - Capacitar al nuevo personal, y realizar seguimiento al mismo.	- Laboratorio de ensayos químicos con la cantidad de personal idónea para la realización de las diferentes actividades.	- Gestión Administrativa.	- Coordinadora I+D. - Jefe de Laboratorio. - Gerente Técnico. - Jefe de Talento Humano.

Figura 9. (Continuación)

PLAN DE ACCIÓN					
Sección de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017	¿QUÉ NOS FALTA?	ACTIVIDADES	Descripción Metas Resultados esperados	Procesos involucrados	Responsables
6.3 INSTALACIONES Y CONDICIONES AMBIENTALES	- Procedimiento de demarcación y manejo de áreas documentado.	- Definir el objeto y alcance del procedimiento. - Establecer las actividades realizadas en el procedimiento. - Construir el flujo de trabajo. - Reunión del área con Líder SIG para validar el procedimiento. - Publicar el procedimiento de demarcación y manejo de áreas documentado.	- Procedimiento de demarcación y manejo de áreas documentado, publicado y operando bajo el SGC.	- Sistemas Integrados de Gestión. - Gestión Técnica. - Gestión de Infraestructura.	- Coordinadora I+D. - Jefe de Laboratorio. - Jefe SIG
6.4 EQUIPAMIENTO	- Placa informativa en los equipos.	- Determinar la información necesaria para la identificación del equipo y su estado. - Validar propuesta de placa. - Provisiónamiento de las placas. - Asegurar instalación de placas. - Actualización de la información de forma constante.	- Equipos con placa informativa que permita conocer su estado, siendo actualizada de forma constante.	- Gestión Técnica. - Gestión Operativa.	- Coordinadora I+D. - Jefe de Laboratorio.
	- Plan de mantenimiento estandarizado.	- Reunión de área para aprobación y apoyo de la creación del nuevo plan. - Identificar las necesidades de mantenimiento de todos los equipos. - Identificar todos los ensayos y actividades programadas y contratadas. - Crear plan de mantenimiento con base en las necesidades técnicas y comerciales.	- Plan de mantenimiento que permite la organización del laboratorio de ensayos químicos para garantizar la ejecución de las actividades del mismo y el estado óptimo de los equipos.	- Gestión Técnica. - Gestión Operativa.	- Coordinadora I+D. - Jefe de Laboratorio.
6.5 TRAZABILIDAD METROLÓGICA	- * NPH				
6.6 PRODUCTOS Y SERVICIOS SUMINISTRADOS EXTERNAMENTE	- ** N/A				

Figura 9. (Continuación)

PLAN DE ACCIÓN					
Sección de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017	¿QUÉ NOS FALTA?	ACTIVIDADES	Descripción Metas Resultados esperados	Procesos involucrados	Responsables
7.1 REVISIÓN DE SOLICITUDES, OFERTAS Y CONTRATOS	- * NPH				
7.2 SELECCIÓN, VERIFICACIÓN Y VALIDACIÓN DE MÉTODOS	- Verificar el ensayo para la determinación del contenido de sales solubles (Asegurado por el trabajo de grado).	* Asegurado por el trabajo de grado - Reunión de área para aprobación y apoyo del proceso de verificación. Asignación de Líder de proyecto. - Definir el objetivo y alcance de la verificación. - Establecer los reactivos, equipos y materiales. Además del diseño estadístico. - Construir el Plan de Verificación del Ensayo. - Ejecutar el Plan de Verificación del Ensayo. - Análisis de resultados y Validación de estado de verificación.	- Ensayo para la determinación del contenido de sales solubles verificado y documentado.	- Sistemas Integrados de Gestión. - Gestión Técnica.	- Tesistas. - Coordinadora I+D. - Jefe de Laboratorio. - Jefe SIG
7.3 MUESTREO	- ** N/A				
7.4 MANIPULACIÓN DE LOS ÍTEMS DE ENSAYO O CALIBRACIÓN	- Sección para el registro de desviaciones de los ítems de ensayo en el formato F-002.	- Reunión del área con Líder SIG para notificar la oportunidad de mejora encontrada (Falta de sección para el registro de desviaciones de los ítems de ensayo traídos por el cliente). - Realizar propuesta del nuevo formato en línea con la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017, específicamente numeral 7.4.3. - Reunión para validar propuesta de cambio. - Publicar el nuevo formato "F-002 - Orden de Trabajo Para Muestras y ensayos" en el repositorio de documentos del SIG.	- Formato "F-002 - Orden de Trabajo Para Muestras y ensayos" con sección específica para el registro de desviaciones de los ítems de ensayo.	- Sistemas Integrados de Gestión. - Gestión Técnica.	- Coordinadora I+D. - Jefe de Laboratorio. - Jefe SIG

Figura 9. (Continuación)

PLAN DE ACCIÓN					
Sección de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017	¿QUÉ NOS FALTA?	ACTIVIDADES	Descripción Metas Resultados esperados	Procesos involucrados	Responsables
7.5 REGISTROS TÉCNICOS	- Determinar la incertidumbre del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Reunión de área para aprobación y apoyo al plan de determinación de incertidumbre del ensayo. Estableciendo Líder de proyecto.</li> <li>- Definir el objetivo y alcance del plan.</li> <li>- Identificar el mesurando y las fuentes de incertidumbre.</li> <li>- Estructurar el diseño experimental del plan.</li> <li>- Ejecutar los experimentos para cuantificar las fuentes, combinar las incertidumbres estándar.</li> <li>- Expandir las incertidumbres combinadas para establecer el rango de incertidumbre.</li> <li>- Validar los resultados obtenidos.</li> <li>- Generar la documentación del plan, la ejecución de los experimentos y resultados.</li> <li>- Expedir la incertidumbre del ensayo.</li> <li>- Incluir la incertidumbre en los informes expedidos a los clientes.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Incertidumbre del ensayo para la determinación del contenido de sales definidas y validada.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sistemas Integrados de Gestión.</li> <li>- Gestión Técnica.</li> <li>- Gestión Operativa</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Auxiliar de laboratorio.</li> <li>- Coordinadora I+D.</li> <li>- Jefe de Laboratorio.</li> <li>- Jefe SIG</li> </ul>
7.6 EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN					

Figura 9. (Continuación)

PLAN DE ACCIÓN					
Sección de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017	¿QUÉ NOS FALTA?	ACTIVIDADES	Descripción Metas Resultados esperados	Procesos involucrados	Responsables
7.7 ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Plan de seguimiento a la validez de los resultados del ensayo de determinación del contenido de sales solubles.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Reunión de área para apoyo del plan de seguimiento a validez de resultados.</li> <li>- Definir el objeto y alcance del plan de seguimiento a validez de resultados.</li> <li>- Establecer el material de referencia (matriz mineral) a utilizar. Asegurar su provisionamiento.</li> <li>- Definir la metodología de las comprobaciones intermedias de los equipos involucrados.</li> <li>- Definir el procedimiento para revisión de resultados informados.</li> <li>- Determinar la metodología a seguir para las pruebas interlaboratorio.</li> <li>- Establecer los responsables, recursos y tiempos (para las actividades anteriores).</li> <li>- Construir el flujo de trabajo.</li> <li>- Reunión de área para validar el plan de seguimiento a validez de resultados.</li> <li>- Ejecutar el plan seguimiento a validez de resultados.</li> <li>- Realizar seguimiento al cumplimiento del plan.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Plan de seguimiento a la validez de los resultados del ensayo construido y siendo ejecutado.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sistemas Integrados de Gestión.</li> <li>- Gestión Técnica.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Auxiliar de laboratorio.</li> <li>- Coordinadora I+D.</li> <li>- Jefe de Laboratorio.</li> </ul>

**Figura 9.** (Continuación)

PLAN DE ACCIÓN					
Sección de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017	¿QUÉ NOS FALTA?	ACTIVIDADES	Descripción Metas Resultados esperados	Procesos involucrados	Responsables
7.8 INFORME DE RESULTADOS	- Complementar el formato "F-812 INF INV E 158-13 Sales solubles"	- Reunión del área con Líder SIG para notificar la oportunidad de mejora encontrada (Falta sección de registro de información de contacto con el cliente y espacio en la sección de descargos donde se registre de forma explícita que la muestra es traída por el cliente y los resultados se emiten a la muestra tal como se recibió.) - Realizar propuesta del nuevo formato F-812 en línea con la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017, específicamente numerales 7.8.2.1 y 7.8.2.2 - Reunión para validar propuesta de cambio. - Publicar el nuevo formato "F-812 INF INV E 158-13 Sales solubles" en el repositorio de documentos del SIG.	- Formato "F-812 INF INV E 158-13 Sales solubles" actualizado, con sección de información de contacto del cliente y espacio en la sección de descargo para manifestar resultados a muestral tal y como el cliente las entregó.	- Sistemas Integrados de Gestión. - Gestión Técnica.	- Coordinadora I+D. - Jefe de Laboratorio. - Jefe SIG
7.9 QUEJAS	- * NPH				
7.10 TRABAJO NO CONFORME	- * NPH				
7.11 CONTROL DE LOS DATOS Y GESTIÓN DE LA INFORMACIÓN	- * NPH				
* NPH: Nada Por Hacer ** N/A: No Aplica					

**Nota.** Plan de acción para atender las no conformidades encontradas en el diagnóstico respecto al cumplimiento de la norma técnica NTC – ISO/IEC 17025/2017.



Así pues, como se puede evidenciar en la figura anterior (Figura 9), se diseñó un plan de acción que engloba las acciones correctivas para dar solución a las no conformidades identificadas, está enfocado en mejorar la organización del área, la planeación y ejecución de requerimientos críticos y completar el sistema de documentación.

Ahora bien, habiendo realizado el diagnóstico del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles, definido su grado de cumplimiento y construido el plan de acción para asegurar los requisitos no satisfechos; se prosigue con la temática gruesa de la investigación, definiendo la metodología para la validación del método y el análisis de los resultados obtenidos con el fin de establecer la evidencia que permita validarlo.

## **5. METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN**

En este capítulo se define la metodología de validación a desarrollar estableciendo los diferentes insumos, procedimientos y parámetros de validación a evaluar, esto con el fin de garantizar las condiciones necesarias para la ejecución de la validación del método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S.

### **5.1 Selección del método**

En este caso donde el ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S. se rige por la norma técnica INV E 158/13, expedida por el Instituto Nacional de Vías; el método a validar es el que está definido en la misma.

Este es un método analítico de tipo gravimétrico. Consiste en pesar el residuo, obtenido por evaporación, de una cantidad proporcional del extracto acuoso donde se solubilizaron las sales solubles de la muestra, obteniéndose el porcentaje de estos componentes respecto a la masa de la muestra de suelo seco.

### **5.2 Reactivos, equipos y materiales**

Es oportuno ahora mencionar los reactivos, equipos y materiales de laboratorio necesarios para la adecuada ejecución del ensayo, con el fin de asegurar su aprovisionamiento y garantizar su integridad y correcto estado.

#### **5.2.1 Reactivos**

En la Figura 10 se presentan los reactivos requeridos por el método utilizado en el ensayo.

**Figura 10.**

*Reactivos utilizados en el ensayo.*

Reactivo	Fórmula química	Especificaciones	Proveedor	Uso en el método
Agua destilada y desionizada	$H_2O$	-	Microgen	Medio de solubilización de analitos de interés (sales solubles), transferencia de la matriz al medio líquido para ser analizado.
Ácido clorhídrico	$HCl$	Concentración del 37% v/v	Merck	Reducción de partículas coloidales, ayuda a decantar las partículas que se encuentren flotando y generar turbidez.
Sulfato de sodio	$Na_2SO_4$	Pureza del 99% p/p	Artilab	Es el analito de análisis para el diseño de experimentos, solo se utilizada para la validación.

**Nota.** Resumen de los reactivos utilizados en el ensayo y los experimentos del trabajo de grado.

### 5.2.2 Equipos

En la Figura 11 se relacionan los equipos requeridos en el ensayo con su respectiva imagen y especificaciones. Además, se verifica la última fecha de calibración de los mismos, con el fin de garantizar la valides de sus mediciones.

**Figura 11.**

*Equipos utilizados en el ensayo.*

Equipo	Imagen	Especificaciones	Fecha última calibración
Cabina de extracción		No. Inventario: 304 Nombre: cabina de extracción de gases y vapores Marca: BIOBASE Modelo: FH 1000(A) Serie: FH 10 Z 1604004A	7/10/2021


Figura 11. (Continuación)

Equipo	Imagen	Especificaciones	Fecha última calibración
Balanza		<p>No. Inventario: 311                      Nombre: balanza electrónica 120g                      Marca: PRECISA                      Modelo: 360 ES-120A                      Serie:                      (4603237)3609237-001</p>	21/01/2021
Horno		<p>No. Inventario: 00086                      Nombre: Horno Pinzuar de T<sub>amb</sub> + 5°C -200°C                      Marca: PINZUAR                      Modelo: PG-190                      Serie: -</p>	7/10/2020
Tamiz		<p>No. Inventario: 17101                      Nombre: Tamiz No. 10                      Marca: J. Bolaños                      Modelo: Standard ASTME-11.                      Serie: N/A</p>	24/06/2021
Triturador		<p>No. Inventario: 21061                      Nombre: Camisa de trituración                      Marca: N/R                      Modelo: N/R                      Serie: N/R</p>	N/R

**Figura 11. (Continuación)**

Equipo	Imagen	Especificaciones	Fecha última calibración
Balanza		No. Inventario: 312 Nombre: balanza electrónica 1020g Marca: PRECISA Modelo: BJ 1000G Serie: (166431)1659425-050	3/08/2021
Rotador (Agitador por volteo)		No. Inventario: 305 Nombre: Rotador Marca: HEIDOLPH Modelo: REAX 20/4 Serie: 200112218-0717	16/08/2021
Cronómetro		No. Inventario: 000213 Nombre: cronometro digital Marca: CASIO Modelo: 123 Serie: AK 4562	4/01/2021
Bomba de vacío		No. Inventario: 309 Nombre: bomba de vacío Marca: VACUUBRAND Modelo: MZ1C Serie: 42321906	23/06/2021
Baño maría		No. Inventario: 316 Nombre: baño maría de precisión Marca: FISHER SCIENTIFIC Modelo: FSGPD05 Serie: 300163895	11/08/2021

**Figura 11.** (Continuación)

Equipo	Imagen	Especificaciones	Fecha última calibración
Desecador		No. Inventario: 321 Nombre: Desecador con plato de porcelana Marca: BRIXCO Modelo: N/R Serie: N/R	4/01/2021*
N/R: No Registra * Fecha de revisión de integridad, más que calibración			



**Nota.** Resumen de los equipos utilizados en el ensayo y los experimentos del trabajo de grado.

### 5.2.3 Material de laboratorio





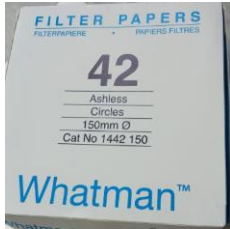

En la Figura 12 se presentan los materiales de laboratorio requeridos para la correcta ejecución del ensayo y con los cuales se desarrolló la validación. Con el fin de evitar contaminación cruzada por presencia de impurezas o residuos a través de dichos elementos estos se lavan con abundante agua y jabón, y posteriormente son secados para volver a ser utilizados.

**Figura 12.**



*Materiales de laboratorio utilizados en el ensayo.*

Nombre	Imagen	Capacidad	Incertidumbre
Frasco de vidrio		1 L	N/A
Espátula		N/A	N/A

**Figura 12.** (Continuación)

Nombre	Imagen	Capacidad	Incertidumbre
Vidrio de reloj		N/A	N/A
Probeta		500 mL	$\pm 2,5$ mL
Pipeta		25 mL	$\pm 0,15$ mL
Matriz de Kitasato		500 mL	N/A
Embudo Büchner		100 mL	N/A
Papel filtro de poro fino		Filtro Whatman # 42	N/A
Probeta		100 mL	$\pm 0,5$ mL

**Figura 12.** (Continuación)

Nombre	Imagen	Capacidad	Incertidumbre
Cápsula de porcelana		N/A	N/A
Pinzas		N/A	N/A
N/A: No Aplica			

**Nota.** Resumen de los materiales utilizados en el ensayo y los experimentos del trabajo de grado.

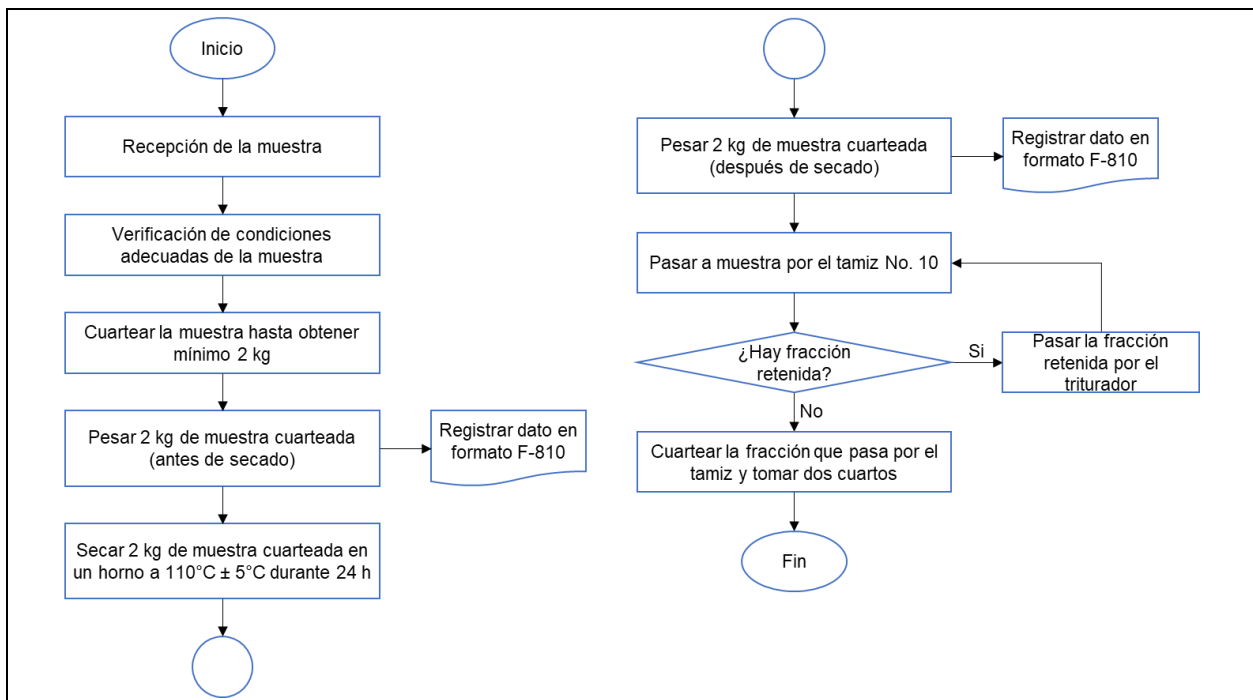


### 5.3 Procedimientos

En esta sección se describen los procedimientos a llevar a cabo para la correcta ejecución del ensayo, tanto para la preparación de las muestras como para la determinación del contenido de sales solubles. Todos estos se presentan en forma de diagrama de flujo.

**Figura 13.**

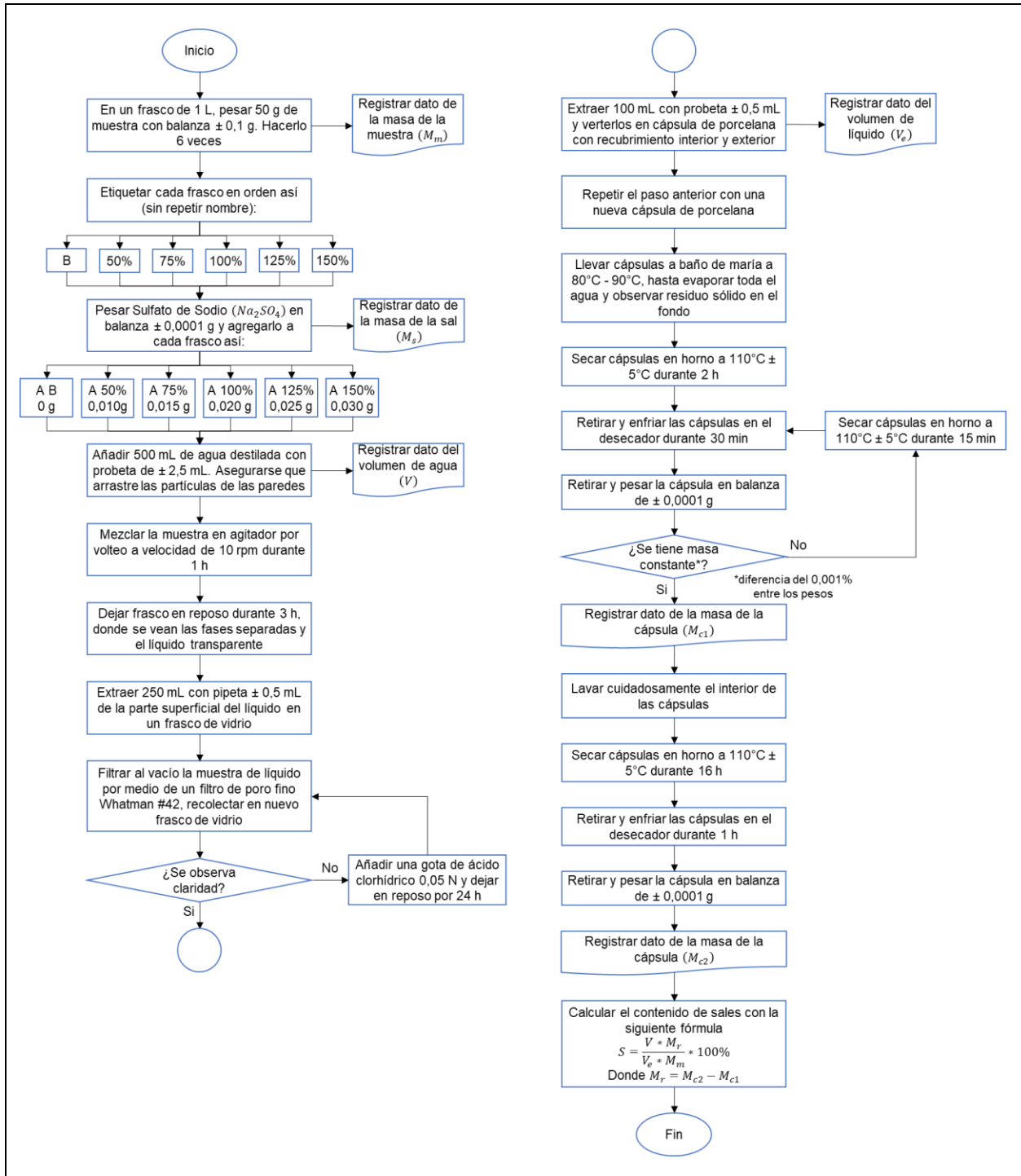
*Diagrama de flujo del procedimiento para la preparación de muestras.*



**Nota.** Diagrama de flujo del procedimiento para la preparación de muestras llevado a cabo en los experimentos del trabajo de grado. Tomado de INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS, INV E-158-13 Determinación del contenido de sales solubles en los suelos. Bogotá D.C., Colombia: INVIAS, 2012.

**Figura 14.**

Diagrama de flujo del procedimiento para la determinación del contenido de sales solubles.



**Nota.** Diagrama de flujo del procedimiento para la determinación del contenido de sales solubles llevado a cabo en los experimentos del trabajo de grado. Tomado de INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS, INV E-158-13 Determinación del contenido de sales solubles en los suelos. Bogotá D.C., Colombia: INVIAS, 2012.

## 5.4 Parámetros de validación

La determinación de la aptitud del laboratorio para la ejecución del método que se está validando se realizó a través de la evaluación de los parámetros de desempeño analítico. La selección de los mismos depende de la naturaleza del método y el alcance de la validación, en la Figura 15 se presenta la matriz de selección planteada por el Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos – Invima [17].

**Figura 15.**

*Parámetros de desempeño analítico a evaluar según tipo de método.*

Parámetro de desempeño	Tipo de método		
	Espectrofotométrico	Volumétrico	Gravimétrico
Intervalo lineal y de trabajo	Si	Si	Si
Límite de detección	Si	No	No
Límite de cuantificación	Si	Si	Si
Recuperación	Si	Si	Si
Repetibilidad	Si	Si	Si
Reproducibilidad	Si	Si	Si
Sensibilidad	Si	Si	Si
Selectividad	Si	Si	Si

**Nota.** Selección de parámetros de desempeño analítico (o parámetros de validación) según el tipo de método analítico. Tomado de Basado en J. Obando, Validación de métodos analíticos. Bogotá D.C., Colombia: INVIMA, 2018.

### 5.4.1 Linealidad

La determinación de la linealidad de un método analítico permite describir la relación proporcional entre la concentración del analito en la muestra y el resultado del método (ensayo) [17]. La evaluación de este parámetro se realiza a través del análisis del coeficiente de correlación ( $r$ ) [18] [19] y para su estimación se utiliza el método de regresión por mínimos cuadrados [20], el cual se representa en las siguientes ecuaciones.

**Ecuación 1.**

*Expresión matemática para una línea recta.*

$$y = a_0 + a_1x$$

**Nota.** Expresión que representa una línea recta. Tomado de S. Chapra and R. Canale, Métodos numéricos para ingenieros, 7ma ed. México D.F., México: McGraw-Hill Education, 2015.

Donde  $a_0$  y  $a_1$  son coeficientes que representan el intercepto con el eje  $y$  y la pendiente, respectivamente [20]. Ahora bien, para determinar dichos coeficientes se utilizan la Ecuación 2 (en esta  $np$  representa el número de pareja de puntos) y la Ecuación 3 (en esta  $\bar{y}$  y  $\bar{x}$  representan los promedios de los valores de  $y$  y  $x$ , respectivamente; los cuales se calculan con la Ecuación 4 [21]).

**Ecuación 2.**

*Fórmula para la determinación de la pendiente.*

$$a_1 = \frac{np \sum(x_i y_i) - (\sum x_i)(\sum y_i)}{np \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

**Nota.** Fórmula utilizada para el cálculo de la pendiente de una línea recta utilizando el método de mínimos cuadrados. Tomado de S. Chapra and R. Canale, Métodos numéricos para ingenieros, 7ma ed. México D.F., México: McGraw-Hill Education, 2015.

**Ecuación 3.**

*Fórmula para la determinación del intercepto.*

$$a_0 = \bar{y} - a_1 \bar{x}$$

**Nota.** Fórmula utilizada para el cálculo del intercepto de una línea recta utilizando el método de mínimos cuadrados. Tomado de S. Chapra and R. Canale, Métodos numéricos para ingenieros, 7ma ed. México D.F., México: McGraw-Hill Education, 2015.

Una vez determinados estos parámetros es posible estimar los coeficientes de correlación ( $r$ ) (Ecuación 5) y de determinación ( $r^2$ ) para conocer el grado de ajuste de la regresión.

**Ecuación 4.**

*Fórmula para la determinación del valor promedio.*

$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$	$\bar{y} = \frac{\sum y_i}{n}$
--------------------------------	--------------------------------

**Nota.** Fórmula utilizada para el cálculo del valor promedio de un grupo de datos. Tomado de W. Mendenhall, R. Beaver, and B. Beaver, *Introducción a la probabilidad y estadística*, 13th ed. Santa Fe, México: Cengage Learning, 2010.

**Ecuación 5.**

*Fórmula para la determinación del coeficiente de correlación.*

$r = \frac{np \sum(x_i y_i) - (\sum x_i)(\sum y_i)}{\sqrt{np \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \sqrt{np \sum y_i^2 - (\sum y_i)^2}}$
---

**Nota.** Fórmula utilizada para el cálculo del coeficiente de correlación de un grupo de datos. Tomado de S. Chapra and R. Canale, *Métodos numéricos para ingenieros*, 7ma ed. México D.F., México: McGraw-Hill Education, 2015.

Cabe ahora la pregunta ¿cómo determinar si el ajuste representa realmente el comportamiento de los datos? Esto se realiza a través de la comparación del valor del coeficiente de correlación con un criterio de aceptación, si el valor de dicho coeficiente es mayor a 0,99 ( $r > 0,9900$ ) [12] [18] se puede decir que el comportamiento de los datos se puede ajustar a una regresión de tipo lineal.

Ahora bien, no basta con esto, es necesario corroborar que existe una correlación lineal significativa según una distribución de t-Student [17], para ello se realiza un análisis estadístico planteando una hipótesis nula ( $H_0$ ) y alternativa ( $H_A$ ), representadas en la Figura 16; la primera hace referencia a que una correlación lineal para el grupo de datos no es significativa, mientras que la segunda hace referencia a que si lo es.

Para discernir entre la aceptación o negación de la hipótesis nula se calcula el estadístico de prueba representado en la Ecuación 6 y se compara con el valor de tablas, de acuerdo con  $n - 2$  grados de libertad (siendo  $n$  el número de datos) y el intervalo de confianza,  $1 - \alpha$ ; los criterios de comparación se presentan en la Figura 17.

**Figura 16.**

*Hipótesis nula y alternativa para evaluación de linealidad.*

Hipótesis	Expresión
Nula	$H_0: a_1 = 0$
Alternativa	$H_A: a_1 \neq 0$

**Nota.** Representación de las hipótesis nula y alternativa.

**Ecuación 6.**

*Fórmula para la determinación del estadístico de prueba t.*

$$t_{cal} = \frac{r\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

**Nota.** Fórmula utilizada para el cálculo del estadístico de prueba t. Tomado de J. Obando, Validación de métodos analíticos. Bogotá D.C., Colombia: INVIMA, 2018.

**Figura 17.**

*Criterios de comparación del estadístico de prueba t – linealidad.*

Criterio	Conclusión
$t_{cal} < t_{(n-2;\alpha/2)}$	Se acepta hipótesis nula
$t_{cal} \geq t_{(n-2;\alpha/2)}$	Se rechaza hipótesis nula

**Nota.** Criterios de aceptación de hipótesis nula y alternativa. Tomado de J. Obando, Validación de métodos analíticos. Bogotá D.C., Colombia: INVIMA, 2018.

#### **5.4.2 Límite de detección y cuantificación**

5.4.2.a Límite de detección. El límite de detección del método (*LDM*) se define como la concentración mínima de analito que da un resultado igual al blanco más un número de veces la desviación estándar del blanco ( $s_b$ ), dicho número está definido por el valor crítico de una distribución de t-Student con un nivel de confianza del 99,0% (Ecuación 7) [22][23][24][25].

Este parámetro se puede interpretar como “la cantidad más baja de analito en una muestra que puede ser detectada, pero no necesariamente cuantificada, en las condiciones experimentales establecidas” [26]. Donde la desviación estándar de blancos

se puede calcular con la Ecuación 10 aplicada a los valores resultados del blanco analítico.

**Ecuación 7.**

*Fórmula para la determinación del límite de detección del método (LDM).*

$$LDM = a_0 + t_{(n-1; \alpha=1\%)} S_b$$

**Nota.** Fórmula utilizada para el cálculo del límite de detección del método. Tomado de J. Miller and J. Miller, Estadística y Quimiometría para Química Analítica, 4th ed. Madrid, España: Prentice Hall Hispanoamérica, 2002.

5.4.2.b Límite de cuantificación. El límite de cuantificación del método (*LCM*) se define como “la cantidad más baja de analito en una muestra que se puede cuantificar con precisión y exactitud aceptables en las condiciones experimentales establecidas” [26]. Y, de forma análoga al *LDM*, este parámetro se calcula como se muestra en la Ecuación 8, en donde el parámetro  $K_b$  es el coeficiente de cuantificación del blanco y tiene un valor típico de 10 [27].

**Ecuación 8.**

*Fórmula para la determinación del límite de cuantificación del método (LCM).*

$$LCM = a_0 + K_b S_b$$

**Nota.** Fórmula utilizada para el cálculo del límite de cuantificación del método. Tomado de K. Peñates, “Validación del método gravimétrico para la determinación de sólidos disueltos (SDT) en aguas naturales y residuales, en el laboratorio de aguas de la Universidad de Córdoba,” Universidad de Córdoba, Montería, Colombia, 2020.

### 5.4.3 Exactitud

La exactitud se entiende cómo el nivel de “proximidad entre los resultados de la prueba obtenidos mediante el procedimiento y el valor verdadero” [17]. Este se puede determinar de diferentes formas, haciendo referencia al sesgo una de ellas es el

agregado estándar que consiste en agregar a una muestra una cantidad conocida de analito, evaluándose a través del porcentaje de recuperación (%R) [25][28].

#### **Ecuación 9.**

*Fórmula para la determinación del porcentaje de recuperación (%R).*

$$\%R = \frac{y_{(\text{valor respuesta})}}{x_{(\text{valor real})}} * 100\%$$

**Nota.** Fórmula utilizada para el cálculo del porcentaje de recuperación. Tomado de. O. Viera Ribot and S. Morales Fernández, “Verificación interna y aplicación del método oficial para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP) en sedimentos,” Rev. Cuba. Química, vol. 32, no. 3, 2020.

La AOAC International define que el porcentaje de recuperación se debe encontrar entre el 95,0% y 105,0% para que se acepte este parámetro, de modo que el criterio de aceptación de la exactitud es  $95,0\% < \%R < 105,0\%$  [29][30], esto asociado al orden del nivel de concentración para el analito (0,2%) establecido en el artículo 610/13 de las normas INVIAS.

#### **5.4.4 Precisión**

La precisión se define como “el grado de concordancia entre los resultados de las muestras individuales cuando se aplica el procedimiento repetidamente a múltiples muestreos de una muestra homogénea, expresando el grado de dispersión entre la serie de mediciones” [17]. Este parámetro está comprendido por la repetibilidad y reproducibilidad.

5.4.4.a Repetibilidad. La repetibilidad expresa la precisión bajo las mismas condiciones de operación en un periodo corto de tiempo [12]. Esta se evalúa a través de la determinación del coeficiente de variación (%CV) utilizando la Ecuación 10 y la Ecuación 11.



**Ecuación 10.**

*Fórmula para el cálculo de la desviación estándar (s).*

$$s = \sqrt{\frac{\sum((y_i - \bar{y})^2)}{n - 1}}$$

**Nota.** Fórmula utilizada para el cálculo de la desviación estándar de un grupo de datos. Tomado de W. Mendenhall, R. Beaver, and B. Beaver, Introducción a la probabilidad y estadística, 13th ed. Santa Fe, México: Cengage Learning, 2010.

**Ecuación 11.**

*Fórmula para el cálculo del coeficiente de variación (%CV).*

$$\%CV = \frac{s}{\bar{y}} * 100\%$$

**Nota.** Fórmula utilizada para el cálculo del coeficiente de variación d un grupo de datos. Tomado de W. Mendenhall, R. Beaver, and B. Beaver, Introducción a la probabilidad y estadística, 13th ed. Santa Fe, México: Cengage Learning, 2010.

La AOAC International define que el coeficiente de variación debe ser menor o igual al 3,7% ( $\%CV \leq 3,7\%$ ) como criterio de aceptación de la repetibilidad [29][30], esto asociado al orden del nivel de concentración para el analito (0,2%) establecido en el artículo 610/13 de las normas INVIAS.

5.4.4.b Reproducibilidad. La reproducibilidad expresa la precisión cuando se presentan alteraciones en las condiciones de operación (diferentes laboratorios, diferentes analistas, diferentes días, diferentes instrumentos, etc.) [12][17][26]. Esta se evalúa definiendo si existen, o no; diferencias significativamente estadísticas entre el grupo de datos, para ello se plantea un análisis de varianza (ANOVA) de un factor.

De acuerdo a ello, se plantean la hipótesis nula ( $H_0$ ) y alternativa ( $H_A$ ), representadas en la Figura 18, la primera hace referencia a que no existen diferencias significativamente estadísticas en las medias de los grupos de datos, mientras que la segunda hace referencia a que si existen. Los criterios de aceptación o rechazo se presentan en la Figura 19.

**Figura 18.**

*Hipótesis nula y alternativa para análisis de varianza (ANOVA) de un factor - reproducibilidad.*

Hipótesis	Expresión
Nula	$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k = \mu$
Alternativa	$H_A: \mu_i \neq \mu_j \text{ para algún } i \neq j$

**Nota.** Representación de las hipótesis nula y alternativa.

**Figura 19.**

*Criterios de comparación del estadístico de prueba F.*

Criterio	Conclusión
$F_0 \leq F_\alpha$	Se acepta hipótesis nula
$F_0 > F_\alpha$	Se rechaza hipótesis nula

**Nota.** Criterios de aceptación de hipótesis nula y alternativa.

#### **5.4.5 Intervalo de trabajo y sensibilidad**

El intervalo de trabajo es entendido como el rango que está comprendido por el nivel más bajo y alto de concentración que ha sido demostrado tienen relación lineal [26]. Este se establece como el rango más estrecho donde el intervalo cumple con los criterios de linealidad, precisión y exactitud [12].

A su vez, la sensibilidad es el cociente entre el cambio en la respuesta del método y el cambio correspondiente del valor de la cantidad objeto de la medición [9], esta se determina con la pendiente de la regresión lineal, pues es una medida de la respuesta en función de la concentración [19][27].

#### **5.4.6 Selectividad**

La selectividad es la “capacidad del método de medir específicamente el analito en presencia de los componentes presentes en la matriz analítica, inequívoca de impurezas, productos de degradación y/o excipientes o componentes de la matriz” [17]. Obando sostiene que para métodos gravimétricos la selectividad es sustentada con los

resultados de linealidad, exactitud y precisión (repetibilidad y reproducibilidad), claramente, si estos cumplen con los criterios de aceptación [17].

## 5.5 Descripción del experimento

Conforme a las necesidades de la validación y los requerimientos experimentales para la evaluación de los parámetros de desempeño analítico se planteó un diseño de experimentos de dos factores, a continuación se describe el mismo.

### 5.5.1 Descripción de las variables

Se definen dos variables independientes (en tanto que se tiene gobierno sobre el rango y niveles que pueden tomar) que se estudian en esta investigación: cantidad de sal soluble agregada y operario.

La primera variable es de carácter cuantitativa continua, en tanto, que está puede tomar valores numéricos intermedios, es decir, valores comprendidos entre dos números. A continuación, en la Figura 20 se muestran los niveles de esta variable, en donde el límite inferior del rango es 0,000 g y el límite superior del mismo es 0,030 g.

**Figura 20.**

*Niveles de la variable cantidad de sales.*

Cantidad de sal agregada (g)
0,000 ( <i>blanco</i> )
0,010
0,015
0,020
0,025
0,030

**Nota.** Lista de los niveles de la primera variable independiente.

Los niveles de esta variable se toman de acuerdo con lo propuesto por Obando [17], el cual sostiene que se evalúen: un blanco analítico, o sea una muestra libre del

analito de análisis, nivel de 0,000 g; el nivel de referencia al límite superior permitido del analito, en este caso 0,2% de sales solubles (según el art. 610/13 expedido por INVIAS) o lo que es lo mismo 0,020 g por cada 50 g de muestra, a este nivel se le conoce como el 100%; otros dos niveles asociados al 50%, uno por arriba y otro por abajo del 100%, los niveles de 0,010 g y 0,030 g, respectivamente; y, finalmente, otros dos niveles asociados al 25%, uno por arriba y otro por abajo del 100%, los niveles de 0,015 g y 0,025 g, respectivamente.

Cabe mencionar que para el experimento se seleccionó el sulfato de sodio como el analito de prueba, esto en tanto que es una sal que puede producir eflorescencia, es altamente soluble en el agua y que no tiene propiedades floculantes ni coagulantes [31].

Por su parte, la segunda variable es de tipo cualitativa nominal. Esta no toma valores numéricos y no hay un orden predeterminado entre los operarios (ver Figura 21). Los niveles para la segunda variable son dos, en tanto que son sólo dos operarios quienes ejecutan el ensayo en el laboratorio. Por lo mismo, el rango está comprendido por estos.

**Figura 21.**

*Niveles de la variable operario.*

<b>Operario</b>
<i>Operario 1</i>
<i>Operario 2</i>

**Nota.** Lista de los niveles de la segunda variable independiente.

Por otro lado, la variable de respuesta definida para esta investigación es el resultado del ensayo, la cantidad de sal encontrada en la muestra después de ejecutar el método, cuyo resultado se expresa en gramos.

Con el fin de evitar desviaciones se han definido las siguientes variables constantes: reactivos, equipos y material de laboratorio.

### 5.5.2 Diseño de experimentos

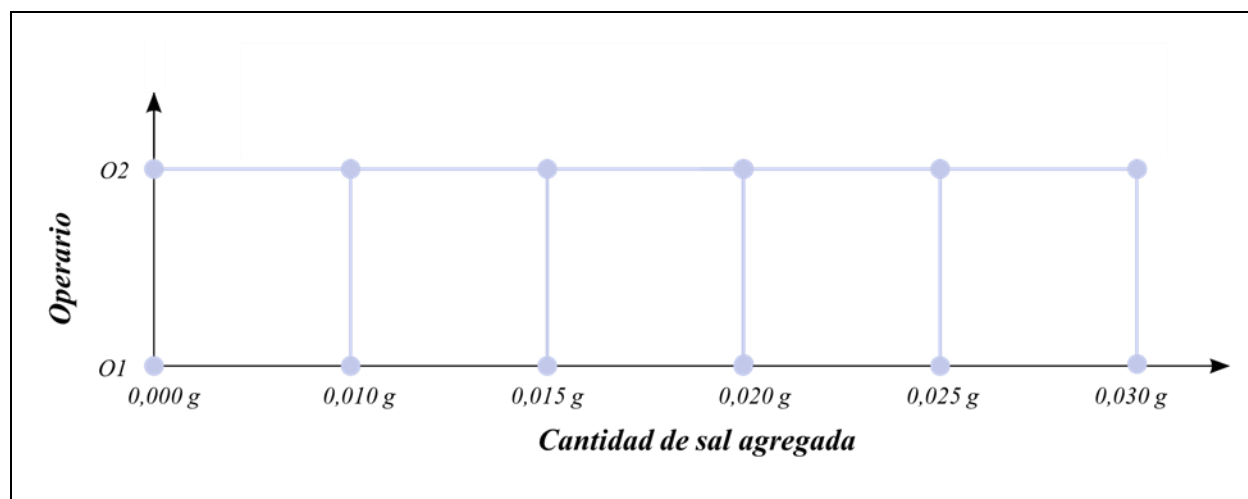
Con base en la sección anterior se quiere estudiar el efecto de los factores C: cantidad de sal agregada y O: operario. Para ello se corrió un diseño factorial completo 6x2 con tres replicas, que permitirá obtener toda la información relevante en relación al efecto de estos factores sobre la respuesta obtenida al ejecutar el ensayo.

### 5.5.3 Arreglo factorial

A continuación, y en línea con todo lo anterior, se presenta el arreglo factorial del presente experimento.

**Figura 22.**

*Arreglo factorial 6x2.*



**Nota.** Representación gráfica del arreglo factorial del diseño de experimentos propuesto.

Habiendo expuesto la metodología que se desarrolló para llevar a cabo la validación, se prosigue con la presentación de los resultados obtenidos y su análisis, de forma que se pueda definir el estatus de aprobación de cada uno de los parámetros de desempeño analítico y, por ende, del método.

## 6. EVALUACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE VALIDACIÓN

Con el fin de atender el tercer objetivo planteado, en este capítulo se abordan los resultados de la evaluación de los parámetros de validación del método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S; calculando cada parámetro y definiendo el estatus de cumplimiento de los mismos, a partir de los resultados del diseño de experimentos (planteado en la sección 5.5).

### 6.1 Generalidades

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de los 36 ensayos, con base en estos se realizaron los cálculos de los parámetros y la definición del estatus de cumplimiento.

**Figura 23.**

*Resumen de resultados del diseño factorial de dos factores, 6x2 con tres réplicas*

Cantidad de sal (g)	Réplica	Operario			
		Operario 1		Operario 2	
		Cantidad de sal agregada real (g)	Resultado ensayo (g)	Cantidad de sal agregada real (g)	Resultado ensayo (g)
0,0000	Réplica 1	0,0000	0,0017	0,0000	0,0021
	Réplica 2	0,0000	0,0020	0,0000	0,0019
	Réplica 3	0,0000	0,0018	0,0000	0,0021
0,0100	Réplica 1	0,0109	0,0125	0,0107	0,0130
	Réplica 2	0,0102	0,0123	0,0102	0,0125
	Réplica 3	0,0104	0,0128	0,0105	0,0132
0,0150	Réplica 1	0,0150	0,0163	0,0153	0,0169
	Réplica 2	0,0151	0,0167	0,0151	0,0177
	Réplica 3	0,0155	0,0171	0,0151	0,0177
0,0200	Réplica 1	0,0204	0,0217	0,0206	0,0222
	Réplica 2	0,0200	0,0213	0,0202	0,0218
	Réplica 3	0,0207	0,0231	0,0203	0,0229
0,0250	Réplica 1	0,0253	0,0269	0,0250	0,0273
	Réplica 2	0,0251	0,0272	0,0253	0,0280
	Réplica 3	0,0255	0,0268	0,0260	0,0286

**Figura 23.** (Continuación).

Cantidad de sal (g)	Réplica	Operario			
		Operario 1		Operario 2	
		Cantidad de sal agregada real (g)	Resultado ensayo (g)	Cantidad de sal agregada real (g)	Resultado ensayo (g)
0,0300	Réplica 1	0,0303	0,0319	0,0302	0,0329
	Réplica 2	0,0300	0,0324	0,0301	0,0317
	Réplica 3	0,0301	0,0314	0,0305	0,0328

**Nota.** Resumen de los resultados obtenidos.

En esta sección se resumen los métodos de cálculo y los criterios de aceptación, si aplican, de cada uno de los parámetros de desempeño analítico que se evaluaron.

**Figura 24.**

Resumen de métodos de cálculo y criterios de aceptación de los parámetros de desempeño analítico evaluados

Parámetro	Método de cálculo	Fórmula	Criterio de aceptación
Linealidad	Análisis del coeficiente de correlación ( $r$ )	Ecuación 5 $r = \frac{np \sum(x_i y_i) - (\sum x_i)(\sum y_i)}{\sqrt{np \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \sqrt{np \sum y_i^2 - (\sum y_i)^2}}$	$r > 0,9900$
	Determinación de significancia de correlación lineal según distribución t-Student	Ecuación 6 $t_{cal} = \frac{r\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$	$t_{cal} \geq t_{(n-2; \alpha/2)}$
Límite de detección del método (LDM)	Análisis de desviación estándar de blancos	Ecuación 7 $LDM = a_0 + t_{(n-1; \alpha=1\%)} S_b$	N/A
Límite de cuantificación del método (LCM)	Análisis de desviación estándar de blancos	Ecuación 8 $LCM = a_0 + K_b S_b$	N/A
Exactitud	Porcentaje de recuperación	Ecuación 9 $\%R = \frac{y_{(valor\ respuesta)}}{x_{(valor\ real)}} * 100\%$	$95,0\% < \%R < 105,0\%$
Precisión Repetibilidad	Coeficiente de variación	Ecuación 11 $\%CV = \frac{s}{\bar{y}} * 100\%$	$\%CV \leq 3,7\%$
Precisión Reproducibilidad	ANOVA de un factor	$F_o = \frac{CM_{Factor}}{CM_{Error}}$	$F_o \leq F_{(\alpha; GLF; GLE)}$

**Figura 24.** (Continuación)

Parámetro	Método de cálculo	Fórmula	Criterio de aceptación
Intervalo de trabajo	Rango lineal del experimento	N/A	Aprobación de la linealidad, exactitud y precisión
Sensibilidad	Pendiente de la recta	Ecuación 2 $a_1 = \frac{np \sum(x_i y_i) - (\sum x_i)(\sum y_i)}{np \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$	
Selectividad	Métodos analíticos y normalizados	N/A	

**Nota.** Resumen de las formas de cálculo y criterios de aceptación de cada uno de los parámetros de desempeño analítico evaluados.

## 6.2 Linealidad

La curva de calibración se construyó graficando el total de los resultados obtenidos, donde cada pareja de puntos se compone de la cantidad de sal agregada en la muestra ( $x$ ) y la respuesta del método ( $y$ ). Al analizar las 36 parejas de puntos y utilizando de la Ecuación 2 a la Ecuación 5 se calculó el valor de la pendiente, intercepto y coeficiente de correlación, cuyos resultados se presentan en la Tabla 1.

Con dichos resultados y a través de la Figura 25, se puede observar que el comportamiento de los datos se ajusta a una regresión lineal. Esta aproximación visual se puede confirmar a través del resultado obtenido del coeficiente de correlación, pues cumple con su criterio de aceptación,  $r > 0,9900$ .

**Tabla 1.**

*Resumen de resultados evaluación de la linealidad.*

Coefficiente de correlación, $r$	Coefficiente de determinación, $r^2$	Criterio de aceptación	Estadístico de prueba calculado, $t_{cal}$	Valor crítico, $t_{crit}$
0,9989	0,9978	0,9900	123,921	2,032

**Nota.** Resumen de resultados de la evaluación de la linealidad, teniendo en cuenta que el valor crítico se calculó con la función INV.T.2C de Excel 2019.

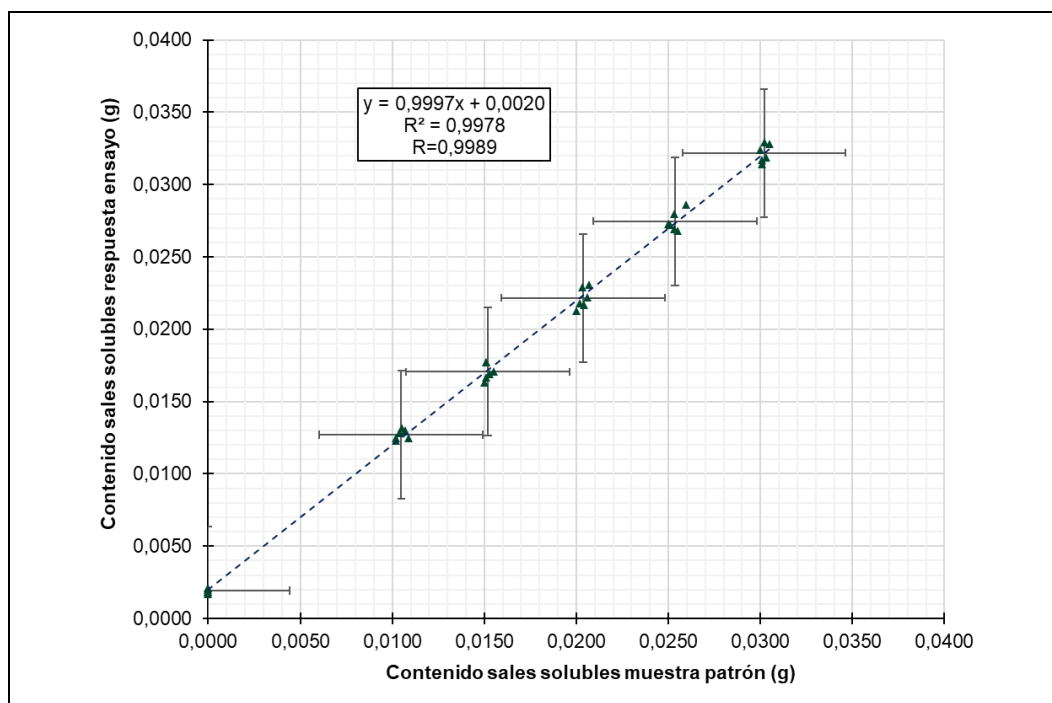
Así también, por medio del análisis estadístico de la significancia de la correlación lineal para el comportamiento del grupo de datos según una distribución de t-Student, teniendo en cuenta que se tienen 34 grados de libertad y una incertidumbre del 5%; se



corroboró que se rechaza la hipótesis nula y se acepta la alternativa, con la cual se define que la regresión lineal para el grupo de datos si es significativa.

**Figura 25.**

*Curva de calibración – linealidad.*



**Nota.** Representación de la linealidad del grupo de datos obtenidos como resultados de los experimentos.

Dado lo anterior, el parámetro de desempeño analítico de linealidad se cumple, lo que significa que el comportamiento de los datos es representado por una tendencia lineal, en otras palabras, la respuesta del método es proporcional a la cantidad de sales solubles presentes en la muestra.

### 6.3 Límite de detección y límite de cuantificación

La determinación del límite de detección (*LDM*) y cuantificación (*LCM*) se realizó con la Ecuación 7 y la Ecuación 8, respectivamente; utilizando los datos del blanco, cuyos resultados se presentan en la Tabla 2.

Con estos, se puede indicar que el método tiene la capacidad de detectar 0,0025 g de sal soluble (sulfato de sodio para el experimento), empero, la mínima cantidad de analito que puede ser cuantificada con una precisión y exactitud aceptable es de 0,0036 g de sal soluble, bajo las condiciones operativas del experimento realizado.

**Tabla 2.**

*Resumen de resultados evaluación del límite de detección (LDM) y límite de cuantificación (LCM).*

Intercepto, $a_0$ (g)	Desviación estándar de blancos, $s$ (g)	Estadística de tabla, $t_{(5;0,01)}$	Límite de detección, $LDM$ (g)	Límite de cuantificación, $LCM$ (g)
0,0020	0,0002	3,365	0,0025	0,0036

**Nota.** Resumen de resultados de la evaluación del límite de detección (LDM) y límite de cuantificación (LCM), teniendo en cuenta que el valor del estadístico se calculó con la función INV.T de Excel 2019.

## 6.4 Exactitud

La evaluación de la exactitud se realizó definiendo el porcentaje de recuperación nivel a nivel. Para definir el valor real se realizó un promedio de la cantidad de sal agregada en cada nivel y, respecto al valor experimental, se realizó un promedio del resultado de cada nivel restándole el promedio de los blancos. Definiendo esto y utilizando la Ecuación 9 se obtuvieron los resultados presentes en la Tabla 3.

**Tabla 3.**

*Datos para el cálculo de la exactitud.*

Nivel de la variable cantidad (g)	Valor real (g)	Valor experimental (g)	%R
0,0100	0,0105	0,0108	102,86%
0,0150	0,0152	0,0151	99,67%
0,0200	0,0204	0,0202	99,35%
0,0250	0,0254	0,0255	100,67%
0,0300	0,0302	0,0303	100,17%

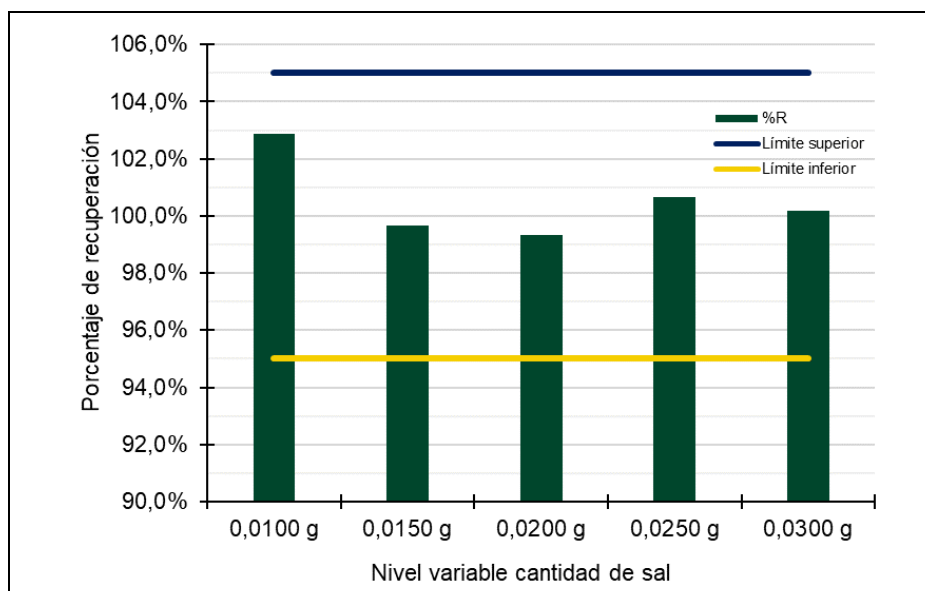
**Nota.** Resumen de datos y resultados de la exactitud.

Cómo se puede evidenciar el %R, para los cinco niveles, cumple con el criterio de aceptación, en tanto que dichos valores se encuentran entre el 95,0% y el 105,0% (ver

Figura 26), por lo que el parámetro de desempeño analítico de exactitud se cumple. Esto quiere decir que la respuesta obtenida por el ensayo reproduce la realidad, en tanto que esta emite la cantidad verdadera de analito presente en la muestra.

**Figura 26.**

*Resultados del porcentaje de recuperación – exactitud.*



**Nota.** Representación gráfica de los resultados de la exactitud.

## 6.5 Precisión

La evaluación de la precisión se realizó a través de la determinación de la misma en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad, y estas a su vez por medio del coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor, respectivamente.

### 6.5.1 Repetibilidad

Con el fin de determinar el grado de dispersión de los datos en condiciones de repetibilidad, se evaluó el valor medio y la desviación estándar de los resultados para cada nivel de contenido de sales (sin remover el efecto de los blancos) utilizando la Ecuación 10 y la Ecuación 11. En la Tabla 4 se encuentran los resultados obtenidos.

**Tabla 4.**

*Datos para el cálculo de la repetibilidad – precisión.*

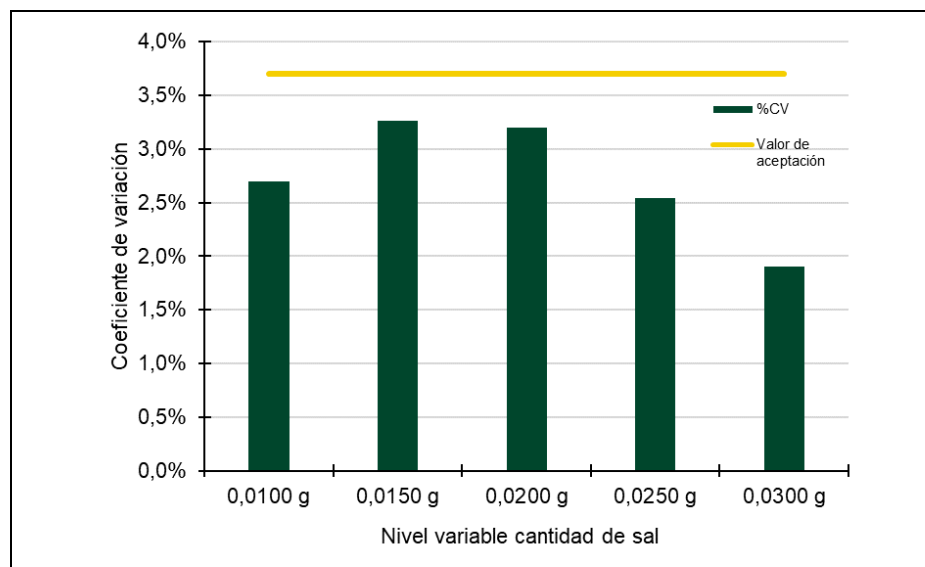
Nivel de la variable cantidad (g)	Promedio resultado ensayo (g)	Desviación estándar, s (g)	%CV
0,0100	0,0127	0,0003	2,697%
0,0150	0,0171	0,0006	3,266%
0,0200	0,0222	0,0007	3,198%
0,0250	0,0275	0,0007	2,540%
0,0300	0,0322	0,0006	1,899%

**Nota.** Resumen de datos y resultados de la precisión en condiciones de repetibilidad.

Cómo se puede evidenciar para los cinco niveles el %CV cumple con el criterio de aceptación (ver Figura 27), en tanto que todos los valores son menores a 3,7%, por lo que el parámetro de desempeño analítico de repetibilidad se cumple. Esto implica que las respuestas obtenidas por el ensayo bajo las mismas condiciones de operación sobre una misma muestra son homogéneas entre sí.

**Figura 27. Resultados del coeficiente de variación – repetibilidad**

*Resultados del coeficiente de variación – repetibilidad.*



**Nota.** Representación gráfica de los resultados de la precisión en condiciones de repetibilidad.

### 6.5.2 Reproducibilidad

Para la determinación de la precisión en condiciones de reproducibilidad se realizó un análisis de varianza (ANOVA) de un factor para cada uno de los niveles, cuyos resultados se presentan en la Tabla 5. Teniendo que se definió una incertidumbre del 5% y se tiene 1 grado de libertad del factor y 4 del error.

Cómo se puede evidenciar para los cinco niveles se cumple con el criterio de aceptación, pues el valor del estadístico de prueba es menor que el valor crítico, así como la probabilidad del evento en todos los casos es mayor al 5,0%; dado esto se acepta la hipótesis nula permitiendo afirmar que no existen diferencias significativamente estadísticas entre los grupos de datos al modificar las condiciones de operación, por lo que el parámetro de desempeño analítico de reproducibilidad se cumple.

**Tabla 5.**

*Datos para el cálculo de la reproducibilidad – precisión.*

Nivel de la variable cantidad (g)	Estadístico de prueba, $F_0$	Probabilidad, $p$	Valor crítico, $F_{(0,05;1;4)}$
0,0100	2,086	0,222	7,709
0,0150	4,321	0,106	7,709
0,0200	0,177	0,695	7,709
0,0250	6,429	0,064	7,709
0,0300	1,389	0,304	7,709

**Nota.** Resumen de resultados de la precisión en condiciones de reproducibilidad, teniendo en cuenta que la probabilidad se calculó con la función DISTR.F y el valor crítico del estadístico se calculó con la función DISTR.F.INV, ambas de Excel 2019.

### 6.6 Intervalo de trabajo y sensibilidad

El intervalo de trabajo se estableció en un rango de 0,0105 g a 0,0302 g, en tanto que se logró demostrar el desempeño analítico de este método en dicho rango, como se evidenció en la sección 6.2 a 6.5. Permitiendo establecer que el resultado de la ejecución del método para un valor de contenido de sal dentro de este intervalo presentará una respuesta proporcional, además de ser válido.

Por otra parte, se estableció que la sensibilidad del método es de 0,9997, lo que significa que por cada 1 g de sal soluble que cambia en la muestra, la respuesta cambiará en 0,9997 g; evidenciando la proporcionalidad entre el contenido del analito y la respuesta del método.

## 6.7 Selectividad

Se comprobó la selectividad del método, en tanto que se cumplieron los parámetros de linealidad, exactitud y precisión (repetibilidad y reproducibilidad), esto con base en lo postulado por Obando para métodos analíticos gravimétricos y normalizados [17]. Todo esto significa que este método tiene la capacidad de identificar y medir el analito de interés (sales solubles) sin interferencias de impurezas.

## 6.8 Resumen

En la siguiente figura se presenta un resumen de los resultados obtenidos.

**Figura 28.**

*Resumen de resultados de los parámetros de desempeño analítico evaluados.*

Parámetro	Método de cálculo	Resultado	Estatus
Linealidad	Análisis del coeficiente de correlación ( $r$ )	$r = 0,9989$	Aceptado
	Determinación de significancia de correlación lineal según distribución t-Student	$t_{cat} = 123,921$	Aceptado
Límite de detección del método ( $LDM$ )	Análisis de desviación estándar de blancos	$LDM = 0,0025 g$	N/A
Límite de cuantificación del método ( $LCM$ )	Análisis de desviación estándar de blancos	$LCM = 0,0036 g$	N/A
Exactitud	Porcentaje de recuperación	$\%R_{0,010g} = 102,86\%$ $\%R_{0,015g} = 99,67\%$ $\%R_{0,020g} = 99,35\%$ $\%R_{0,025g} = 100,67\%$ $\%R_{0,030g} = 100,17\%$	Aceptado en todos los niveles

**Figura 28.** (Continuación)

Parámetro	Método de cálculo	Resultado	Estatus										
Precisión Repetibilidad	– Coeficiente de variación	$\%CV_{0,010g} = 2,697\%$ $\%CV_{0,015g} = 3,266\%$ $\%CV_{0,020g} = 3,198\%$ $\%CV_{0,025g} = 2,540\%$ $\%CV_{0,030g} = 1,899\%$	Aceptado en todos los niveles										
Precisión Reproducibilidad	– ANOVA de un factor	<table border="0"> <tr> <td><math>F_{0;0,010g} = 2,086</math></td> <td><math>p_{0,010g} = 0,222</math></td> </tr> <tr> <td><math>F_{0;0,015g} = 4,321</math></td> <td><math>p_{0,015g} = 0,106</math></td> </tr> <tr> <td><math>F_{0;0,020g} = 0,177</math></td> <td><math>p_{0,020g} = 0,695</math></td> </tr> <tr> <td><math>F_{0;0,025g} = 6,429</math></td> <td><math>p_{0,025g} = 0,064</math></td> </tr> <tr> <td><math>F_{0;0,030g} = 1,389</math></td> <td><math>p_{0,030g} = 0,304</math></td> </tr> </table>	$F_{0;0,010g} = 2,086$	$p_{0,010g} = 0,222$	$F_{0;0,015g} = 4,321$	$p_{0,015g} = 0,106$	$F_{0;0,020g} = 0,177$	$p_{0,020g} = 0,695$	$F_{0;0,025g} = 6,429$	$p_{0,025g} = 0,064$	$F_{0;0,030g} = 1,389$	$p_{0,030g} = 0,304$	Aceptado en todos los niveles
$F_{0;0,010g} = 2,086$	$p_{0,010g} = 0,222$												
$F_{0;0,015g} = 4,321$	$p_{0,015g} = 0,106$												
$F_{0;0,020g} = 0,177$	$p_{0,020g} = 0,695$												
$F_{0;0,025g} = 6,429$	$p_{0,025g} = 0,064$												
$F_{0;0,030g} = 1,389$	$p_{0,030g} = 0,304$												
Intervalo de trabajo	Rango lineal del experimento	0,0105 g – 0,0302 g	Aceptado										
Sensibilidad	Pendiente de la recta	$a_1 = 0,9997 \text{ g resultado/g muestra}$											
Selectividad	Métodos analíticos y normalizados	Método selectivo											

**Nota.** Resumen de los resultados y estatus de aceptación de cada uno de los parámetros de desempeño analítico evaluados.

Para finalizar, el grado de cumplimiento determinado para los diferentes parámetros de desempeño analítico se puede atribuir a la alta capacidad del talento humano en la ejecución de dicho ensayo, el adecuado estado de los materiales y reactivos y la integridad de los equipos garantizada con la calibración reciente de los mismo. Estos resultados también se deben a la idoneidad del método para evaluar lo que plantea medir (sales solubles), lo que lo hace adecuado para tal fin.

Habiendo presentado los resultados de los parámetros de desempeño analítico y demostrado el cumplimiento de cada uno de ellos, se procede con la documentación del proceso de validación con el fin de asegurar la información de la metodología para que pueda ser consultada por la empresa en ocasiones futuras.

## **7. DOCUMENTACIÓN DEL PROCESO DE VALIDACIÓN**

Con el fin de abarcar el cuarto y último objetivo planteado, en este capítulo se menciona la documentación generada en el proceso de validación del método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S.

### **7.1 Protocolo de validación**

En el protocolo de validación se asegura toda la información relevante del proceso de validación realizado, de modo que esta sea de fácil acceso para el personal y se pueda consultar en el futuro, en este se recopila principalmente la metodología llevada a cabo. Está compuesto por los siguientes ítems:

- Objetivo
- Alcance
- Responsabilidad
- Reactivos, materiales y equipos
- Metodología de validación
- Parámetros de validación
- Revisión y aprobación

El protocolo de validación generado para esta investigación se presenta en el ANEXO 3.



## 8. CONCLUSIONES

Se diagnosticó el estado actual del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles a la luz de la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017 encontrando que tiene un cumplimiento del 89,0%. El resultado de cumplimiento está asociado al aseguramiento de la capacidad del personal, la integridad de los equipos, materiales y reactivos; la claridad de los procedimientos y su ejecución.

Las no conformidades respecto a la norma se centran en: algunos formatos y documentación incompleta, carencia de la incertidumbre del ensayo y falta de realización de actividades claves. Esto se debe a una gestión deficiente por parte de la dirección del laboratorio, insuficiencia en la cantidad del recurso humano y limitación del tiempo.

Se diseñó un plan de acción que engloba las acciones correctivas para dar solución a las no conformidades identificadas, está enfocado en mejorar la organización del área, la planeación y ejecución de requerimientos críticos y completar el sistema de documentación.

Se evaluaron diferentes parámetros de desempeño analítico del método, encontrando que este es lineal, exacto, preciso (en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad) y selectivo. Así mismo, se definieron sus límites de detección y límite de cuantificación, intervalo de trabajo y sensibilidad.

Se demostró que el comportamiento de los datos se puede representar por una tendencia lineal ( $r = 0,9989$ ) y esta tendencia es realmente significativa ( $t_{cal} > t_{crit}$ ). Es por ello que la respuesta del método es proporcional a la cantidad de sales solubles presentes en la muestra.

El método tiene un límite de detección 0,0025 g de sal soluble y un límite de cuantificación de 0,0036 g de sal soluble, lo que implica que a partir de esta cantidad de sal se pueden obtener resultados con precisión y exactitud aceptables.

Por otro lado, en tanto que el porcentaje de recuperación ( $\%R$ ) para los diferentes niveles se encontró entre el 95,0% y 105,0%, se comprobó que el método es exacto en tanto que la respuesta de este representa los valores reales de sal en la muestra.

Así mismo, dado que el coeficiente de variación ( $\%CV$ ) para los diferentes niveles es menor a 3,7%, se comprobó la repetibilidad del método lo que implica que las

respuestas obtenidas por el ensayo bajo las mismas condiciones de operación sobre una misma muestra son homogéneas entre sí.

Además, a través de un análisis de varianza de un factor se demostró que no existen diferencias significativamente estadísticas entre los resultados cuando el ensayo es ejecutado por diferente operario, confirmando así la reproducibilidad del método.

Se definió el intervalo de trabajo en el rango de 0,0105 g a 0,0302 g, en tanto que se logró demostrar el desempeño analítico de todo este. La sensibilidad del método es de 0,9997, lo que significa que por cada 1 g de sal soluble que cambia en la muestra, la respuesta cambiará en 0,9997 g.

Se generó la documentación del proceso de validación del método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles, a través del “protocolo de validación” en este se asegura la documentación del proceso y la información clave para la ejecución del mismo; quedando a disposición del laboratorio para que sea verificado y consultado.

Finalmente, se validó el método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos utilizado en el área de ensayos químicos del laboratorio Concrelab S.A.S., permitiendo definir que el laboratorio tiene la capacidad y aptitud para ejecutar el método y expedir resultados válidos y confiables.

## BIBLIOGRAFÍA

- [1] Concrelab S.A.S., “Manual de calidad MC-01,” *Concrelab S.A.S.*, vol. 19. Bogotá D.C., Colombia, 2020.
- [2] C. Meyer, *Encyclopedia of Science & Technology*, 10th ed. Nueva York: McGraw-Hill, 2003.
- [3] K. Jiménez and H. Lozano, “Análisis de la influencia de sulfatos y cloruros en el deterioro de estructuras en concreto en zonas costeras del atlántico colombiano,” Universidad Católica de Colombia, Bogotá D.C., 2018.
- [4] C. Broto, *Enciclopedia Broto de patologías de la construcción*. Barcelona: Links International, 2005.
- [5] N. M. Sutan and H. Sinin, “Efflorescence Phenomenon on Concrete Structures,” *Adv. Mater. Res.*, vol. 626, Dec. 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.626.747.
- [6] CEMEX, *Manual del constructor*. México D.F.: CEMEX, 2013.
- [7] A. García Casco, “Tema 10: efectos debidos a las sales solubles,” Feb. 13, 2020. <https://cutt.ly/9ckoXPw> (accessed Apr. 02, 2021).
- [8] Cromlab S.L., “Métodos Analíticos,” 2014. <https://cutt.ly/SckWEIq> (accessed Apr. 02, 2021).
- [9] J. Pérez, “Validación de las técnicas analíticas de alcalinidad, cloruros y pH de la EAAAM-ESP,” Fundación Universidad de América, Bogotá D.C., 2018.
- [10] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN, *NTC-ISO/IEC 17025 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*. Bogotá D.C.: ICONTEC, 2017.
- [11] Eurolab España. P.P. Morillas y col., *Guía Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados*, 1st ed. Eurolab España, 2016.
- [12] INSTITUTO DE SALUD PUBLICA, *Res. Exenta 201/2015 Guía técnica para la realización de la validación de métodos de ensayo*. Santiago de Chile: Instituto de Salud Pública, 2015.
- [13] INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS, *INV E-158-13 Determinación del contenido de*

- sales solubles en los suelos*. Bogotá D.C., Colombia: INVIAS, 2012.
- [14] INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS, *Artículo 610-13 Relleno para estructuras*. Bogotá D.C., Colombia: INVIAS, 2012.
- [15] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN, *Normas fundamentales sobre gestión de la calidad*. Bogotá D.C., Colombia, 2015.
- [16] R. Rincón, “Modelo para la implementación de un sistema de gestión de la calidad basado en la Norma ISO 9001,” *Rev. Univ. EAFIT*, vol. 126, pp. 47–55, 2002.
- [17] J. Obando, *Validación de métodos analíticos*. Bogotá D.C., Colombia: INVIMA, 2018.
- [18] D. Hernández Falcón, A. Fernández García, and O. Ledea Lozano, “Validación de un método analítico de determinación de dopamina por cromatografía líquida de alta resolución,” *Rev. Cuba. Farm.*, vol. 48, no. 3, pp. 371–381, 2014.
- [19] B. D. Verdugo-Torres, J. A. Cubillo-Lobo, and H. A. Rojas Sarmiento, “Validation of an analytical method by GC-FID for the quantification of styrene and  $\alpha$ -methylstyrene,” *Rev. la Acad. Colomb. Ciencias Exactas, Fis. y Nat.*, vol. 44, no. 172, pp. 828–834, Sep. 2020, doi: 10.18257/RACCEFYN.1021.
- [20] S. Chapra and R. Canale, *Métodos numéricos para ingenieros*, 7ma ed. México D.F., México: McGraw-Hill Education, 2015.
- [21] W. Mendenhall, R. Beaver, and B. Beaver, *Introducción a la probabilidad y estadística*, 13th ed. Santa Fe, México: Cengage Learning, 2010.
- [22] HACH, “¿Cuáles son las definiciones y diferencias de los límites de detección y cuantificación más comunes?” Jul. 08, 2020. <https://cutt.ly/XTw4e9n> (accessed Nov. 07, 2021).
- [23] O. Delgado, “Todo lo que necesitas saber sobre el límite de detección y el límite de cuantificación,” Aug. 12, 2019. <https://cutt.ly/oTw4K7V> (accessed Nov. 07, 2021).
- [24] J. Miller and J. Miller, *Estadística y Quimiometría para Química Analítica*, 4th ed. Madrid, España: Prentice Hall Hispanoamérica, 2002.
- [25] O. Viera Ribot and S. Morales Fernández, “Verificación interna y aplicación del método oficial para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP) en sedimentos,” *Rev. Cuba. Química*, vol. 32, no. 3, 2020.

- [26] M. Cañón and D. Pérez, “Validación de los métodos físico-químicos para control de calidad de agua potable en el laboratorio de una empresa de bebidas gaseosas,” Fundación Universidad de América, Bogotá D.C., 2019.
- [27] K. Peñates, “Validación del método gravimétrico para la determinación de sólidos disueltos (SDT) en aguas naturales y residuales, en el laboratorio de aguas de la Universidad de Córdoba,” Universidad de Córdoba, Montería, Colombia, 2020.
- [28] M. Rodríguez López, M. Sepúlveda Sánchez, C. Arboleda Baena, L. Arismendi González, and J. Urhán, “Verificación del método para la detección y cuantificación de *Clostridium perfringens* en agua potable mediante filtración por membrana,” *Rev. Politécnica*, vol. 12, no. 23, 2016.
- [29] AOAC – Peer-Verified Methods Program, *Manual on policies and procedures*. Rockville, Maryland, Estados Unidos: AOAC International, 1998.
- [30] M. Thompson, S. Ellison, and R. Wood, “Harmonized guidelines for single laboratory validation of methods of analysis,” *Pure Appl. Chem.*, vol. 74, no. 5, pp. 835–855, 2002.
- [31] Cementos Fortaleza, “Eflorescencias,” *Tips técnicos*. Cementos Fortaleza, Santiago de Anaya, México, 2018.

## ANEXOS

## ANEXO 1.

### MATRIZ DE AUTODIAGNÓSTICO DEL CAPÍTULO 6 “REQUISITOS RELATIVOS A LOS RECURSOS”

6. REQUISITOS RELATIVOS A LOS RECURSOS	NO APLICA	COMPLETO	PARCIAL	NINGUNO	¿QUÉ SE TIENE?	¿QUÉ HACE FALTA?
<b>6.1 GENERALIDADES</b>		<b>100%</b>				
El laboratorio debe tener disponibles el personal, las instalaciones, el equipamiento, los sistemas y los servicios de apoyo necesarios para gestionar y realizar sus actividades de laboratorio.		<b>X</b>			El laboratorio de ensayos químicos cuenta con el personal, las instalaciones, el equipamiento, los sistemas y los servicios de apoyo necesarios para gestionar y realizar el ensayo de determinación de contenido de sales solubles.	
		<b>1</b>	<b>0</b>	<b>0</b>		
<b>6.2 PERSONAL</b>		<b>96%</b>				
6.2.1 Todo el personal del laboratorio, ya sea interno o externo, que puede influir en las actividades de laboratorio debe actuar imparcialmente, ser competente y trabajar de acuerdo con el sistema de gestión del laboratorio.		<b>X</b>			Todo personal del laboratorio que participa en el ensayo de determinación de contenido de sales solubles se rige por la política de imparcialidad e integridad (siguiendo el "Procedimiento de Imparcialidad, Integridad y Confidencialidad - PC-10"). Así mismo, con todo lo consagrado en el Sistema de Gestión descrito en el documento "Manual de Calidad - MC-01".	
6.2.2 El laboratorio debe documentar los requisitos de competencia para cada función que influye en los resultados de las actividades del laboratorio, incluidos los requisitos de educación, calificación, formación, conocimiento técnico, habilidades y experiencia.		<b>X</b>			El laboratorio de ensayos químicos tiene identificadas las necesidades y requerimientos del personal, esto está documentado en el F-041 Perfil de cargo.	

6.2.3 El laboratorio debe asegurarse de que el personal tiene la competencia para realizar las actividades de laboratorio de las cuales es responsable y para evaluar la importancia de las desviaciones.		X			De la mano con el direccionamiento empresarial, el laboratorio se acoge a la política de formación, "comprometiéndose con la formación de los funcionarios, garantizando que se mantenga su competencia, imparcialidad y coherencia en desarrollo de las actividades del laboratorio", consignada en el "Manual de Calidad - MC-01".	
6.2.4 La dirección del laboratorio debe comunicar al personal sus tareas, responsabilidades y autoridad.			X		El Jefe de laboratorio comunica y define las tareas a realizar con el equipo para llevar a cabo las actividades de laboratorio.	Sistematizar las reuniones y generar las actas de la mismas para garantizar la trazabilidad de las tareas asignadas, responsables y entregables establecidos.
6.2.5 El laboratorio debe tener procedimientos y conservar registros para:						
a) determinar los requisitos de competencia;		X			Los requerimientos y necesidades de competencias y habilidades para cada uno de los cargos de los funcionarios se ven consignado en el "F-041 Perfil de cargo". Se define así la "F-913 Matriz de habilidades".	
b) seleccionar al personal;		X			La selección de personal obedece a criterios específicos que están definidos en los perfiles de cada cargo lo cual permite contratar al personal que cumpla con los requerimientos. Este proceso se ve documentado en el "Procedimiento para	



					reclutamiento y selección de personal - PA-18".	
c) formar al personal;		X			Para garantizar que se identifiquen y suministren las necesidades de entrenamiento apropiado, se debe hacer el mismo con base en los resultados arrojados de la inducción, evaluada con el formato "Balance de los requisitos del cargo F-001" conforme al "Procedimiento para Gestión de Competencias PA-01".	
d) supervisar al personal;		X			Conforme al "Procedimiento para asegurar la supervisión e inspección a los ensayos PE-07" se realiza el seguimiento a la competencia del personal del laboratorio, esto sobre los encargados de ejecutar los ensayos, operar equipos específicos, evaluar de resultados y emitir los informes o certificados. Con los resultados de las supervisiones, se determina si se alcanzó el objetivo de la actividad y se establecen las medidas necesarias en caso contrario. Se documenta en el formato "F-043 Pruebas de habilidades".	
e) autorizar al personal;		X				
f) realizar el seguimiento de la competencia del personal.		X				
6.2.6 El laboratorio debe autorizar al personal para llevar a cabo actividades de laboratorio específicas, incluidas, pero no limitadas a las siguientes:						
a) desarrollar, modificar, verificar y validar métodos;		X			La dirección del laboratorio,	
b) analizar los resultados, incluidas las declaraciones de conformidad o las opiniones e interpretaciones;		X			a través del "Procedimiento para autorizaciones	

c) informar, revisar y autorizar los resultados.		X			nominales PC-11", autoriza al personal encargado de realizar los ensayos a: emitir informes de ensayos, opiniones o interpretaciones que apliquen, validar o verificar los métodos y operar los equipos del laboratorio, esto siguiendo el formato "F-528 Autorización Nominal Personal ensayos"	
		12	1	0		
<b>6.3 INSTALACIONES Y CONDICIONES AMBIENTALES</b>		<b>75%</b>				
6.3.1 Las instalaciones y las condiciones ambientales deben ser adecuadas para las actividades del laboratorio y no deben afectar adversamente a la validez de los resultados.		X			El laboratorio de ensayos químicos, respecto al ensayo de determinación del contenido de sales solubles, asegura que el ambiente en el cual se mantienen las muestras y se realizan los ensayos, no invalida los resultados ni afecta la calidad de las mediciones, así como la restricción de personal externo en el área.	
6.3.2 Se deben documentar los requisitos para las instalaciones y las condiciones ambientales necesarias para realizar las actividades de laboratorio.		X			El personal del laboratorio realiza los registros de las condiciones ambientales (tres veces en el día) y los resultados se consignan en el formato "F-221 Registro de condiciones ambientales".	
6.3.3 El laboratorio debe realizar el seguimiento, controlar y registrar las condiciones ambientales de acuerdo con las especificaciones, los métodos o procedimientos pertinentes, o cuando influyen en la validez de los resultados.		X				
6.3.4 Se deben implementar, realizar el seguimiento de y revisar periódicamente las medidas para controlar las instalaciones y deben incluir, pero no limitarse a, lo siguiente:						
a) acceso y uso de áreas que afecten a las actividades de laboratorio;			X		El laboratorio de ensayos químicos tiene demarcadas	Documentación del procedimiento de

b) prevención de contaminación, interferencia o influencias adversas en las actividades de laboratorio;			X		y separadas las áreas en donde se ejecuta el ensayo de determinación del contenido de sales solubles, evitando la contaminación cruzada en las muestras.	demarcación y manejo de áreas con el fin de garantizar la no interferencia o contaminación.
c) separación eficaz entre áreas en las cuales hay actividades de laboratorio incompatibles.			X			
6.3.5 Cuando el laboratorio realiza actividades de laboratorio en sitios o instalaciones que están fuera de su control permanente, debe asegurarse de que se cumplan los requisitos relacionados con las instalaciones y condiciones ambientales de este documento.	X				El ensayo de determinación del contenido de sales solubles no se realiza fuera del área del laboratorio de ensayos químicos.	
		3	3	0		
<b>6.4 EQUIPAMIENTO</b>		<b>95%</b>				
6.4.1 El laboratorio debe tener acceso al equipamiento que se requiere para el correcto desempeño de las actividades de laboratorio y que pueden influir en los resultados.		X			Todos los equipos necesarios para la ejecución del ensayo de determinación del contenido de sales solubles. Estos se tienen codificados e inventariados.	
6.4.2 Cuando el laboratorio utiliza equipamiento que está fuera de su control permanente, debe asegurarse de que se cumplan los requisitos de este documento para el equipamiento.	X				El ensayo de determinación del contenido de sales solubles no se realiza con equipo que esté fuera de control del laboratorio.	
6.4.3 El laboratorio debe contar con un procedimiento para la manipulación, transporte, almacenamiento, uso y mantenimiento planificado del equipamiento para asegurar el funcionamiento apropiado y con el fin de prevenir contaminación o deterioro.		X			El laboratorio de ensayos químicos sigue el procedimiento "Procedimiento para manejo de equipos. Laboratorios de Ensayos PE – 06" en el que se documenta todo lo exigido.	
6.4.4 El laboratorio debe especificar que el equipamiento cumple con los requisitos especificados, antes de ser instalado o reinstalado para su servicio.		X			A través del "Programa de calibración, verificación y mantenimiento de equipos F-514" el laboratorio de ensayos químicos da alcance al cumplimiento de los requerimientos para garantizar que los equipos utilizados en el ensayo de	
6.4.5 El equipo utilizado para medición debe ser capaz de lograr la exactitud de la medición y/o la incertidumbre de medición requerida para proporcionar un resultado válido.		X				
6.4.6 El equipo de medición debe ser calibrado cuando: - la exactitud o la incertidumbre de medición afectan la validez de los resultados informados, y/o		X				

- se requiere la calibración del equipo para establecer la trazabilidad metrológica de los resultados informados.					determinación del contenido de sales solubles se pueden ejecutar. A su vez, se tienen los manuales técnicos y de operación, los cuales están disponibles para el personal que los opera. Todo se encuentra documentado en "Registro de verificación de equipo F-060", "Control de equipos de medición y ensayo - Hoja de vida F-510." y "Ficha técnica de equipos F-536".	
6.4.7 El laboratorio debe establecer un programa de calibración, el cual se debe revisar y ajustar según sea necesario, para mantener la confianza en el estado de la calibración.		X				
6.4.8 Todos los equipos que requieran calibración o que tengan un periodo de validez definido se deben etiquetar, codificar o identificar de otra manera para permitir que el usuario de los equipos identifique fácilmente el estado de la calibración o el periodo de validez.			X			Añadir a la placa del equipo espacio para ubicar la fecha de validez de la calibración.
6.4.9 El equipo que haya sido sometido a una sobrecarga o a uso inadecuado, que dé resultados cuestionables, o se haya demostrado que está defectuoso o que está fuera de los requisitos especificados, debe ser puesto fuera de servicio.		X			Los equipos son calibrados y/o verificados según corresponda, antes de ponerlos en servicio, con el fin de asegurar que cumplen con los requerimientos técnicos para el método de ensayo.	
6.4.10 Cuando sean necesarias comprobaciones intermedias para mantener confianza en el desempeño del equipo, estas comprobaciones se deben llevar a cabo de acuerdo con un procedimiento.		X			Cualquier equipo que se encuentre retirado temporalmente del servicio por sobrecarga o daño, es notificado al Jefe del laboratorio de ensayos quien identificará el equipo como "Fuera de Servicio".	
6.4.11 Cuando los datos de calibración y de los materiales de referencia incluyen valores de referencia o factores de corrección, el laboratorio debe asegurar que los valores de referencia y los factores de corrección se actualizan e implementan, según sea apropiado, para cumplir con los requisitos especificados.		X				
6.4.12 El laboratorio debe tomar acciones viables para evitar ajustes no previstos del equipo que invalidarían los resultados.		X				
6.4.13 Se deben conservar registros de los equipos que pueden influir en las actividades del laboratorio. Los registros deben incluir, al menos, lo siguiente:						
a) la identificación del equipo, incluida la versión del software y del firmware;		X			El laboratorio de ensayos químicos mantiene registro de cada uno de los equipos que intervienen en la realización del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles,	
b) el nombre del fabricante, la identificación del tipo y el número de serie u otra identificación única;		X				
c) la evidencia de la verificación de que el equipo cumple los requisitos especificados;		X				
d) la ubicación actual;		X				

e) las fechas de la calibración, los resultados de las calibraciones. los ajustes, los criterios de aceptación y la fecha de la próxima calibración o el intervalo de calibración;		X			y del hardware de los mismos. Estos registros se encuentran almacenados en la Hoja de Vida del equipo (Formato Control de equipos de medición y ensayo - Hoja de vida F-510) e incluyen todos los datos básicos del mismo. Es responsabilidad del jefe del laboratorio custodiar dichos formatos.	
f) la documentación de los materiales de referencia, los resultados, los criterios de aceptación, las fechas pertinentes y el período de validez;		X				
g) el plan de mantenimiento y el mantenimiento llevado a cabo hasta la fecha, cuando sea pertinente para el desempeño del equipo;			X			Plan de mantenimiento para poder organizar el cronograma de ejecución de las actividades del laboratorio, incluido el ensayo de determinación del contenido de sales solubles.
h) los detalles de cualquier daño, mal funcionamiento, modificación o reparación realizada al equipo.		X				
		17	2	0		
<b>6.5 TRAZABILIDAD METROLÓGICA</b>		<b>100%</b>				
6.5.1 El laboratorio debe establecer y mantener la trazabilidad metrológica de los resultados de sus mediciones por medio de una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medición, vinculándolos con la referencia apropiada.		X			A través del "Programa para la calibración, verificación y mantenimiento de los equipos (F-514)" el laboratorio asegura que los equipos, que tienen efecto significativo sobre la exactitud o la validez de los resultados del ensayo, están debidamente calibrados y/o verificados antes de ser puestos en servicio.	
6.5.2 El laboratorio debe asegurarse de que los resultados de la medición sean trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) mediante:		X			Las calibraciones y mediciones son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI), ya que los equipos son calibrados por organismos debidamente acreditados bajo los lineamientos de la norma vigente ISO/IEC 17025. Para mantener la confianza	
a) la calibración proporcionada por un laboratorio competente; o		X				
b) los valores certificados de materiales de referencia certificados proporcionados por productores competentes con trazabilidad metrológica establecida al SI; o		X				
c) la realización directa de unidades del SI aseguradas por comparación, directa o indirecta, con patrones nacionales e internacionales.		X				

					en el estado de calibración de los equipos, se realizan comprobaciones intermedias contra patrones de trabajo de acuerdo con los procedimientos establecidos, al igual que mantenimientos preventivos programados.	
6.5.3 Cuando la trazabilidad metrológica a unidades del SI no sea técnicamente posible, el laboratorio debe demostrar trazabilidad metrológica a una referencia apropiada, como, por ejemplo:	X				Los resultados del ensayo de determinación del contenido de sales solubles se emiten en porcentaje, y las unidades utilizadas durante su ejecución y cálculo son unidades del Sistema Internacional.	
a) valores certificados de materiales de referencia certificados suministrados por un productor competente;	X					
b) resultados de los procedimientos de medición de referencia, métodos especificados o normas de consenso que están descritos claramente y son aceptados, en el sentido de que proporcionan resultados de medición adecuados para su uso previsto asegurados mediante comparación adecuada.	X					
		4	0	0		
<b>6.6 PRODUCTOS Y SERVICIOS SUMINISTRADOS EXTERNAMENTE</b>		<b>N/A</b>				
6.6.1 El laboratorio debe asegurarse de que los productos y servicios suministrados externamente, que afectan a las actividades del laboratorio, sean adecuados y utilizados únicamente cuando estos productos y servicios:	X				El ensayo de determinación del contenido de sales solubles no se suministra externamente al área del laboratorio de ensayos químicos.	
a) están previstos para la incorporación a las actividades propias de laboratorio;	X					
b) se suministran, parcial o totalmente, directamente al cliente por el laboratorio, como se reciben del proveedor externo;	X					
c) se utilizan para apoyar la operación del laboratorio.	X					
6.6.2 El laboratorio debe contar con un procedimiento y conservar registros para:	X					
a) definir, revisar y aprobar los requisitos del laboratorio para productos y servicios suministrados externamente;	X					
b) definir los criterios para la evaluación, selección, seguimiento del desempeño y reevaluación de los proveedores externos;	X					

c) asegurar que los productos y servicios suministrados externamente cumplen los requisitos establecidos por el laboratorio, o cuando sean aplicables, los requisitos pertinentes de este documento, antes de que dichos productos o servicios se usen o se suministren al cliente;	X					
d) emprender cualquier acción que surja de las evaluaciones, del seguimiento del desempeño y de las reevaluaciones de los proveedores externos.	X					
6.6.3 El laboratorio debe comunicar a los proveedores externos sus requisitos para:	X					
a) los productos y servicios que se van a suministrar;	X					
b) los criterios de aceptación;	X					
c) la competencia, incluyendo cualquier calificación requerida del personal;	X					
d) las actividades que el laboratorio o sus clientes pretendan llevar a cabo en las instalaciones del proveedor externo.	X					
		0	0	0		

**Nota.** Resultados del diagnóstico del ensayo respecto de los requisitos del capítulo 6 requisitos relativos a los recursos. Tomado de INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN, NTC-ISO/IEC 17025 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. Bogotá D.C.: ICONTEC, 2017.

## ANEXO 2.

### MATRIZ DE AUTODIAGNÓSTICO DEL CAPÍTULO 7 “REQUISITOS DEL PROCESO”

7. REQUISITOS DEL PROCESO	NO APLICA	COMPLETO	PARCIAL	NINGUNO	¿QUÉ SE TIENE?	¿QUÉ HACE FALTA?
<b>7.1 REVISIÓN DE SOLICITUDES, OFERTAS Y CONTRATOS</b>		100%				
7.1.1 El laboratorio debe contar con un procedimiento para la revisión de solicitudes, ofertas y contratos. El procedimiento debe asegurar que:						
a) los requisitos se definan, documenten y comprendan adecuadamente;		X			La operación del laboratorio está regida por la política de calidad “Política de Servicios” asegurando la prestación del servicio del ensayo de determinación del contenido de sales solubles de manera imparcial a todos sus clientes, revisando y evaluado todas las solicitudes de mismo. Acompañado a esto, en el procedimiento “PA-04 Proc. para la prestación de los servicios” se especifica como definir los requisitos del cliente, garantizar la capacidad del laboratorio y que el método utilizado es el adecuado.	
b) el laboratorio cuenta con la capacidad y los recursos para cumplir los requisitos;		X				
c) cuando se utilizan proveedores externos, se aplican los requisitos del apartado 6.6 y el laboratorio informe al cliente sobre las actividades de laboratorio específicas que serán realizadas por proveedores externos y obtenga la aprobación del cliente;	X				El ensayo de determinación del contenido de sales solubles no es realizado por proveedores externos.	
d) se seleccionan los métodos o procedimientos adecuados y que sean capaces de cumplir los requisitos del cliente.		X				



7.1.2 El laboratorio debe informar al cliente cuando el método solicitado por éste se considere inapropiado o desactualizado.		X			El ensayo de determinación de sales solubles sigue la norma INV E 158/13, método aprobado por INVIAS. De presentarse el caso en que un cliente solicite otro método se le informará la necesidad de cumplir con dicha regulación.	
7.1.3 Cuando el cliente solicite una declaración de conformidad con una especificación o norma para el ensayo o calibración (por ejemplo, pasa/no pasa, dentro de tolerancia/fuera de tolerancia), se deben definir claramente la especificación o la norma y la regla de decisión. La regla de decisión seleccionada se debe comunicar y acordar con el cliente, a menos que sea inherente a la especificación o a la norma solicitada.		X			Procedimiento "PC-13 Proc. regla de decisión y declaración de la conformidad" en el cual se define la metodología llevada a cabo para declarar conformidad con una especificación o norma, en función de los requerimientos del cliente y documenta la regla de decisión a emplear por el laboratorio para declarar conformidad.	
7.1.4 Cualquier diferencia entre la solicitud o la oferta y el contrato se debe resolver antes de que comiencen las actividades de laboratorio. Cada contrato debe ser aceptable tanto para el laboratorio como para el cliente. Las desviaciones solicitadas por el cliente no deben tener impacto sobre la integridad del laboratorio o sobre la validez de los resultados.		X			El procedimiento "PA-04 Proc. para la prestación de los servicios" del laboratorio aplica al ensayo de determinación del contenido de sales solubles. En dicho procedimiento, se describe como proceder ante cambios en el contrato (antes o después de comenzar actividades), la conservación de registros de revisiones y resultados.	
7.1.5 Se debe informar al cliente de cualquier desviación del contrato.		X				
7.1.6 Si un contrato es modificado después de que el trabajo ha comenzado, se debe repetir la revisión del contrato y cualquier modificación se debe comunicar a todo el personal afectado.		X				
7.1.7 El laboratorio debe cooperar con los clientes o con sus representantes para aclarar las solicitudes de los clientes y realizar seguimiento del desempeño de laboratorio en relación con el trabajo realizado.		X				

7.1.8 Se deben conservar registros de revisiones, incluido cualquier cambio significativo. También se debe conservar registros de las discusiones pertinentes con los clientes acerca de los requisitos de estos, o de los resultados de las actividades de laboratorio.		X				
		10	0	0		
<b>7.2 SELECCIÓN, VERIFICACIÓN Y VALIDACIÓN DE MÉTODOS</b>		<b>80%</b>				
7.2.1 Selección y verificación de métodos						
7.2.1.1 El laboratorio debe usar métodos y procedimientos apropiados para todas las actividades de laboratorio y, cuando sea apropiado, para la evaluación de la incertidumbre de medición, así como también las técnicas estadísticas para el análisis de datos.		X			El método utilizado para la ejecución del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles está normalizado, y está establecido por la norma INVIAS INV E 158/13. Se asegura utilizar la última versión de las normas que se encuentren fácilmente disponibles de acuerdo con el "Procedimiento para control de documentos PC-04", las cuales son relacionadas para su control de actualización en el "Listado maestro de documentos externos F-516".	
7.2.1.2 Todos los métodos, procedimientos y documentación de soporte, tales como instrucciones, normas, manuales y datos de referencia pertinentes a las actividades de laboratorio se deben mantener actualizadas y fácilmente disponibles para el personal.		X			Toda la información necesaria para el desarrollo del ensayo de determinación del contenido de sales solubles se encuentra en estado físico y están al alcance del personal que realiza el ensayo, además se pueden encontrar en la red interna de la empresa.	
7.2.1.3 El laboratorio debe asegurarse de que utiliza la última versión vigente de un método, a menos que no sea apropiado o posible. Cuando sea necesario, la aplicación		X			El ensayo de determinación de sales solubles sigue la norma INV E 158/13, en el	

del método se debe complementar con detalles adicionales para asegurar su aplicación de forma coherente.					que se describe el método aprobado por INVIAS. El cual se mantiene vigente en el país y es el que la normativa en construcción acepta.	
7.2.1.4 Cuando el cliente no especifica el método a utilizar, el laboratorio debe seleccionar un método apropiado e informar al cliente acerca del método elegido. Se recomiendan los métodos publicados en normas internacionales, regionales o nacionales o por organizaciones técnicas reconocidas, o en textos o revistas científicas pertinentes, o como lo especifique el fabricante del equipo. También se pueden utilizar métodos desarrollados por el laboratorio o modificados.		X				
7.2.1.5 El laboratorio debe verificar que puede llevar a cabo apropiadamente los métodos antes de utilizarlos, asegurando que se pueda lograr el desempeño requerido. Se deben conservar registros de la verificación. Si el método es modificado por el organismo que lo publicó, la verificación se debe repetir, en la extensión necesaria.				X		Realizar proceso de verificación por parte del laboratorio al ensayo de determinación del contenido de sales solubles.
7.2.1.6 Cuando se requiere desarrollar un método, debe ser una actividad planificada y se debe asignar a personal competente provisto con recursos adecuados. A medida que se desarrolla el método, se deben llevar a cabo revisiones periódicas para confirmar que se siguen satisfaciendo las necesidades del cliente. Cualquier modificación al plan de desarrollo debe estar aprobada y autorizada.	X					
7.2.1.7 Las desviaciones a los métodos para todas las actividades de laboratorio solamente deben suceder si la desviación ha sido documentada, justificada técnicamente, autorizada y aceptada por el cliente.	X					
7.2.2 Validación de los métodos						
7.2.2.1 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. La validación debe ser tan amplia como sea necesaria para satisfacer las necesidades de la aplicación o del campo de aplicación dados.	X					El ensayo de determinación del contenido de sales solubles debe seguir el método normalizado planteado en la norma INV E 158/13, por lo cual el laboratorio de ensayos químicos no busca modificar dicho método.
7.2.2.2 Cuando se hacen cambios a un método validado, se debe determinar la influencia de estos cambios, y cuando se encuentre que éstos afectan la validación inicial, se debe realizar una nueva validación del método.	X					

7.2.2.3 Las características de desempeño de los métodos validados tal como fueron evaluadas para su uso previsto, deben ser pertinentes para las necesidades del cliente y deben ser coherentes con los requisitos especificados.	X				
7.2.2.4 El laboratorio debe conservar los siguientes registros de validación:	X				
a) el procedimiento de validación utilizado;	X				
b) la especificación de los requisitos;	X				
c) la determinación de las características de desempeño del método;	X				
d) los resultados obtenidos;	X				
e) una declaración de la validez del método, detallando su aptitud para el uso previsto.	X				
		4	0	1	
<b>7.3 MUESTREO</b>		<b>N/A</b>			
7.3.1 El laboratorio debe tener un plan y un método de muestreo cuando se realiza el muestreo de sustancia, materiales o productos para el subsiguiente ensayo o calibración. El método de muestreo debe considerar los factores a controlar, para asegurar la validez de los resultados del subsiguiente ensayo o calibración. El plan y el método de muestreo deben estar disponibles en el sitio donde se lleva a cabo el muestreo. Siempre que sea razonable, los planes de muestreo deben basarse en métodos estadísticos apropiados.	X				Para el ensayo de determinación del contenido de sales solubles el cliente debe traer la muestra. El laboratorio de ensayos químicos no realiza este procedimiento para dicho método.
7.3.2 El método de muestreo debe describir:	X				
a) la selección de muestras o sitios;	X				
b) el plan de muestreo;	X				
c) la preparación y tratamiento de muestras de una sustancia, material o producto para obtener el ítem requerido para el subsiguiente ensayo o calibración.	X				
7.3.3 El laboratorio debe conservar los registros de los datos de muestreo que forman parte del ensayo o calibración que se realiza. Estos registros deben incluir, cuando sea pertinente:	X				
a) la referencia al método de muestreo utilizado;	X				
b) la fecha y hora del muestreo;	X				
c) los datos para identificar y describir la muestra (por ejemplo, número, cantidad, nombre);	X				

d) la identificación del personal que realiza el muestreo;	X					
e) la identificación del equipamiento utilizado;	X					
f) las condiciones ambientales o de transporte;	X					
g) los diagramas u otros medios equivalentes para identificar la ubicación del muestreo, cuando sea apropiado;	X					
h) las desviaciones, adiciones al, o las exclusiones del método y del plan de muestreo.	X					
		0	0	0		
<b>7.4 MANIPULACIÓN DE LOS ÍTEMS DE ENSAYO O CALIBRACIÓN</b>		83%				
7.4.1 El laboratorio debe contar con un procedimiento para el transporte, recepción, manipulación, protección, almacenamiento, conservación y disposición o devolución de los ítems de ensayo o calibración, incluidas todas las disposiciones necesarias para proteger la integridad del ítem de ensayo o calibración, y para proteger los intereses del laboratorio y del cliente. Se deben tomar precauciones para evitar el deterioro, la contaminación, la pérdida o el daño del ítem durante la manipulación, el transporte, el almacenamiento/espera, y la preparación para el ensayo o calibración. Se deben seguir las instrucciones de manipulación suministradas con el ítem.		X			Las muestras a ser ensayadas, desde su recepción hasta su posterior eliminación, pasando por la identificación, almacenamiento y ensayo, se manipulan según lo dispuesto en el "Procedimiento para el ingreso y manejo de muestras de ensayo PE-01".	
7.4.2 El laboratorio debe contar con un sistema para identificar sin ambigüedades los ítems de ensayo o de calibración. La identificación se debe conservar mientras el ítem esté bajo la responsabilidad del laboratorio. El sistema debe asegurar que los ítems no se confundan físicamente o cuando se haga referencia a ellos en registros o en otros documentos. El sistema debe, si es apropiado, permitir la subdivisión de un ítem o grupos de ítems y la transferencia de ítems.		X			Todas las muestras recibidas para ensayo son identificadas según lo establecido en el procedimiento PE-01 mencionado, conservando su identificación durante el proceso y asegurando que éstas no sean confundidas físicamente y que se relacione claramente su identificación en los registros de toma de datos e informes posteriores de ensayo.	
7.4.3 Al recibir el ítem de calibración o ensayo, se deben registrar las desviaciones de las condiciones especificadas.				X	Las observaciones sobre anomalías en las muestras	Agregar al formato "F-002 - Orden de Trabajo Para

<p>Cuando exista duda acerca de la adecuación de un ítem para ensayo o calibración, o cuando un ítem no cumpla con la descripción suministrada, el laboratorio debe consultar al cliente para obtener instrucciones adicionales antes de proceder, y debe registrar los resultados de esta consulta. Cuando el cliente requiere que el ítem se ensaye o calibre admitiendo una desviación de las condiciones especificadas, el laboratorio debe incluir en el informe un descargo de responsabilidad en el que se indique qué resultados pueden ser afectados por la desviación.</p>					<p>recibidas, son relacionadas en las correspondientes órdenes de venta al momento de su recepción. Cuando la información entregada por el cliente o la cantidad de muestra no sea suficiente para realizar el ensayo, se le consultará y/o notificará al cliente y se registrará las instrucciones suministradas antes de proceder.</p>	<p>Muestras y ensayos" una sección más específica para el registro de dichas desviaciones.</p>
<p>7.4.4 Cuando los ítems necesiten ser almacenados o acondicionados bajo condiciones ambientales especificadas, se deben mantener, realizar el seguimiento y registrar estas condiciones.</p>	X					
		2	1	0		
<b>7.5 REGISTROS TÉCNICOS</b>		<b>75%</b>				
<p>7.5.1 El laboratorio debe asegurar que los registros técnicos para cada actividad de laboratorio contengan los resultados, el informe y la información suficiente para facilitar, si es posible, la identificación de los factores que afectan al resultado de la medición y su incertidumbre de medición asociada y posibiliten la repetición de la actividad del laboratorio en condiciones lo más cercanas posibles a las originales. Los registros técnicos deben incluir la fecha y la identidad del personal responsable de cada actividad del laboratorio y de comprobar los datos y los resultados. Las observaciones, los datos y los cálculos originales se deben registrar en el momento en que se hacen y deben identificarse con la tarea específica.</p>			X		<p>Documentación de los registros técnicos que conservan los informes y los resultados finales del ensayo de determinación del contenido de sales solubles.</p>	<p>La medición de los factores que afectan el resultado y definir la incertidumbre propia del ensayo.</p>
<p>7.5.2 El laboratorio debe asegurar que las modificaciones a los registros técnicos pueden ser trazables a las versiones anteriores o a las observaciones originales. Se deben conservar tanto los datos y archivos originales como los modificados, incluida la fecha de corrección, una indicación de los aspectos corregidos y el personal responsable de las correcciones.</p>		X			<p>Para asegurar la trazabilidad de las modificaciones a los registros técnicos se conservan los datos y archivos originales como los modificados, incluida la fecha de corrección y relación de los aspectos corregidos y el personal</p>	

					responsable de las correcciones.	
		1	1	0		
<b>7.6 EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN</b>		<b>75%</b>				
7.6.1 Los laboratorios deben identificar las contribuciones a la incertidumbre de medición. Cuando se evalúa la incertidumbre de medición, se deben tener en cuenta todas las contribuciones que son significativas, incluidas aquellas que surgen del muestreo, utilizando los métodos apropiados de análisis.			X		Existe el procedimiento "PE – 04 – Procedimiento para la estimación de la incertidumbre de medición" en el cual se especifica el flujo de trabajo para definir la incertidumbre del ensayo. Además, el formato "F-577 Estimación de la Incertidumbre de ensayos" para calcular el mismo.	Diseñar y ejecutar un plan de acción para calcular la incertidumbre del ensayo de determinación del contenido de sales solubles con base en el procedimiento PE-04.
7.6.2 Un laboratorio que realiza calibraciones, incluidas las de sus propios equipos, debe evaluar la incertidumbre de medición para todas las calibraciones.		X			Todos los equipos en el laboratorio de ensayos químicos que participan en la ejecución del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles cuentan con los certificados de calibración en donde se especifica la incertidumbre de la calibración.	
7.6.3 Un laboratorio que realiza ensayos debe evaluar la incertidumbre de medición. Cuando el método ensayo no permite una evaluación rigurosa de la incertidumbre de medición, se debe realizar una estimación basada en la comprensión de los principios teóricos o la experiencia práctica de la realización del método.	X					
		1	1	0		
<b>7.7 ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS</b>		<b>35%</b>				
7.7.1 El laboratorio debe contar con un procedimiento para hacer el seguimiento de la validez de los resultados. Los datos resultantes se deben registrar de manera que las tendencias sean detectables y cuando sea posible, se deben aplicar técnicas estadísticas para la revisión de los resultados. Este seguimiento se debe planificar y revisar y debe incluir, cuando sea apropiado, pero sin limitarse a:					El laboratorio cuenta con el procedimiento "PE-05 Procedimiento para asegurar la validez de los resultados de ensayo" en el cual se especifica la periodicidad de las actividades de aseguramiento, las técnicas	Diseñar y ejecutar un plan de acción para realizar el seguimiento a la validez de los resultados del ensayo de determinación del contenido de sales solubles.

					estadísticas para procesamiento y análisis de los datos, y los criterios de aceptación de los resultados.	
a) uso de materiales de referencia o materiales de control de calidad;				X		Asegurar una muestra patrón o de referencia donde se conozca de forma exacta el contenido de sales solubles.
b) uso de instrumentos alternativos que han sido calibrado para obtener resultados trazables;	X					
c) comprobaciones funcionales del equipamiento de ensayo y de medición;				X		Incluir comprobaciones funcionales de los equipos que se utilizan en el ensayo de determinación del contenido de sales solubles, en el plan de seguimiento de validez de resultados.
d) uso de patrones de verificación o patrones de trabajo con gráficos de control, cuando sea aplicable;	X					
e) comprobaciones intermedias en los equipos de medición;			X		Comprobación intermedia de las balanzas utilizadas en el ensayo para la determinación del contenido de sales solubles.	Comprobación intermedia del resto de equipos utilizados en el ensayo para la determinación del contenido de sales solubles.
f) repetición del ensayo o calibración utilizando los mismos métodos o métodos diferentes;		X				
g) reensayo o recalibración de los ítems conservados;		X			Cada seis meses, de las muestras guardadas se toma una al azar y se le realiza el reensayo para la determinación del contenido de sales solubles, y se comparan los resultados.	
h) correlación de resultados para diferentes características de un ítem;	X					



i) revisión de los resultados informados;				X		Hacer seguimiento post entrega a los resultados expedidos por el laboratorio respecto al ensayo de determinación del contenido de sales solubles.
j) comparaciones interlaboratorio;				X		Incluir pruebas interlaboratorio para el ensayo utilizando el mismo método en el plan de seguimiento de validez de resultados.
k) ensayos de muestras ciegas.		X			En mayo del 2021 se realizó un ejercicio de ensayo de muestras ciegas. Y utilizando el formato "F -596 Comparación de los resultados entre el personal", los resultados obtenidos permitieron determinar la repetibilidad del método.	
7.7.2 El laboratorio debe hacer seguimiento de su desempeño mediante comparación con los resultados de otros laboratorios, cuando estén disponibles y sean apropiados. Este seguimiento se debe planificar y revisar y debe incluir, pero no limitarse a, una o ambas de las siguientes:						
a) participación en ensayos de aptitud;	X					No hay una entidad proveedora de ensayos de aptitud (pública o privada) en el país que realice pruebas para la determinación del contenido de sales solubles.
b) participación en comparaciones interlaboratorio diferentes de ensayos de aptitud.				X		Incluir pruebas interlaboratorio para el ensayo utilizando el mismo método en el plan de seguimiento de validez de resultados.
7.7.3 Los datos de las actividades de seguimiento se deben analizar, utilizar para controlar y, cuando sea aplicable, mejorar las actividades del laboratorio. Si se detecta que los resultados de los análisis de datos de las				X		Diseñar y ejecutar un plan de acción para realizar el seguimiento a la validez de los resultados del ensayo

actividades de seguimiento están fuera de los criterios predefinidos, se deben tomar las acciones apropiadas para evitar que se informen resultados incorrectos.						de determinación del contenido de sales solubles.
		<b>3</b>	<b>1</b>	<b>6</b>		
<b>7.8 INFORME DE RESULTADOS</b>		<b>95%</b>				
7.8.1 Generalidades						
7.8.1.1 Los resultados se deben revisar y autorizar antes de su liberación.		<b>X</b>				El procedimiento "PE-02 Procedimiento para la elaboración y revisión de informes de ensayo" en el cual se establece la metodología para la elaboración y revisión de los informes de ensayo que se expiden. Todo informe para ser expedido necesita firma de revisión y autorización. Así mismo, los resultados son reportados de forma exacta, clara, sin ambigüedades y objetivamente, atendiendo a cualquier instrucción específica.
7.8.1.2 Los resultados se deben suministrar de manera exacta. clara, inequívoca y objetiva, usualmente en un informe (por ejemplo, un informe de ensayo o un certificado de calibración o informe de muestreo), y deben incluir toda la información acordada con el cliente y la necesaria para la interpretación de los resultados y toda la información exigida en el método utilizado. Todos los informes emitidos se deben conservar como registros técnicos.		<b>X</b>				
7.8.1.3 En el caso de un acuerdo con el cliente, los resultados se pueden informar de una manera simplificada. Cualquier información enumerada de los apartados 7.8.2 a 7.8.7 que no se informe al cliente debe estar disponible fácilmente.		<b>X</b>				
7.8.2 Requisitos comunes para los Informes (ensayo, calibración o muestreo)						
7.8.2.1 Cada informe debe incluir, al menos, la siguiente información, a menos que el laboratorio tenga razones válidas para no hacerlo, minimizando así cualquier posibilidad de interpretaciones equivocadas o de uso incorrecto:						El formato de informe para el ensayo de determinación del contenido de sales solubles "F-812 INF INV E 158-13 Sales solubles" en el cual se garantiza toda la información requerida por la norma NTC ISO/IEC 17025:2017.
a) un título (por ejemplo, "Informe de ensayo", "Certificado de calibración" o "Informe de muestreo");		<b>X</b>				
b) el nombre y la dirección del laboratorio;		<b>X</b>				
c) el lugar en que se realizan las actividades de laboratorio, incluso cuando se realizan en las instalaciones del cliente o en sitios alejados de las instalaciones permanentes del laboratorio, o en instalaciones temporales o móviles asociadas;		<b>X</b>				

d) una identificación única de que todos sus componentes se reconocen como una parte de un informe completo y una clara identificación del final;		X				
e) el nombre y la información de contacto del cliente;				X		Incluir una sección en el formato de informe F-812 donde se registre la información de contacto del cliente.
f) la identificación del método utilizado;		X				
g) una descripción, una identificación inequívoca y, cuando sea necesario, la condición del ítem;		X				
h) la fecha de recepción de los ítems de calibración o ensayo, y la fecha del muestreo, cuando esto sea crítico para la validez y aplicación de los resultados;		X				
i) las fechas de ejecución de la actividad laboratorio;		X				
j) la fecha de emisión del informe;		X				
k) la referencia al plan y método de muestreo usados por el laboratorio u otros organismos, cuando sea pertinentes para la validez o aplicación de los resultados;	X					
l) una declaración acerca de que los resultados se relacionan solamente con los ítems sometidos ensayo, calibración o muestreo;		X				El formato de informe para el ensayo de determinación del contenido de sales solubles "F-812 INF INV E 158-13 Sales solubles" en el cual se garantiza toda la información requerida por la norma NTC ISO/IEC 17025:2017.
m) los resultados con las unidades de medición, cuando sea apropiado;		X				
n) las adiciones, desviaciones o exclusiones del método;		X				
o) la identificación de las personas que autorizan el informe;		X				
p) una identificación clara cuando los resultados provengan de proveedores externos.	X					
7.8.2.2 El laboratorio debe ser responsable de toda la información suministrada en el informe, excepto cuando la información la suministre el cliente. Los datos suministrados por el cliente deben ser claramente identificados. Además, en el informe se debe incluir un descargo de responsabilidad cuando la información sea proporcionada por el cliente y pueda afectar a la validez de los resultados. Cuando el laboratorio no ha sido responsable de la etapa de muestreo (por ejemplo, la muestra ha sido suministrada por el cliente), en el informe					X	Incluir un espacio en la sección de descargo del formato de informe F-812 donde se registre de forma explícita que la muestra es traída por el cliente y los resultados se emiten a la muestra tal como se recibió.

se debe indicar que los resultados se aplican a la muestra cómo se recibió.						
7.8.3 Requisitos específicos para los informes de ensayo						
7.8.3.1 Además de los requisitos del apartado 7.8.2, los informes de ensayo deben incluir lo siguiente, cuando sea necesario para la interpretación de los resultados del ensayo:						
a) información sobre las condiciones específicas del ensayo, tales como condiciones ambientales;	X					
b) cuando sea pertinente, una declaración de conformidad con los requisitos o especificaciones;		X			Procedimiento "PC-13 Proc. regla de decisión y declaración de la conformidad" en el cual se define la metodología llevada a cabo para declarar conformidad con una especificación o norma, en función de los requerimientos del cliente y documenta la regla de decisión a emplear por el laboratorio para declarar conformidad.	
c) cuando sea aplicable, la incertidumbre de medición presentada en la misma unidad que el mensurando o en un término relativo al mensurando, cuando: - sea pertinente a la validez o aplicación de los resultados de ensayo; - una instrucción del cliente que lo requiera; o - la incertidumbre de medición afecte la conformidad con un límite de especificación;				X		Diseñar y ejecutar un plan de acción para calcular la incertidumbre del ensayo de determinación del contenido de sales solubles con base en el procedimiento PE-04 ya que no se tiene calculada.
d) cuando sea apropiado, opiniones e interpretaciones;		X				
e) información adicional que pueda ser requerida por métodos específicos, autoridades, clientes o grupos de clientes.		X			Los informes expedidos según el procedimiento PE-02 usando el formato F-812 cuentan con una sección de anexos donde se pueden encontrar las opiniones e interpretaciones (cuando éstas son solicitadas por el cliente) o cualquier información adicional.	

7.8.3.2 Cuando el laboratorio es responsable de la actividad de muestreo, los informes de ensayo deben cumplir con los requisitos enumerados en el apartado 7.8.5, cuando sea necesario para la interpretación de los resultados del ensayo.	X					
7.8.4 Requisitos específicos para los certificados de calibración	X					
7.8.4.1 Además de los requisitos del apartado 7.8.2, los certificados de calibración deben incluir lo siguiente:	X					
a) la incertidumbre de medición del resultado de medición presentado en la misma unidad que la de la unidad del mensurando o en un término relativo a dicha unidad;	X					
b) las condiciones en las que se hicieron las calibraciones, que influyen en los resultados de medición;	X					
c) una declaración que identifique cómo las mediciones son trazables metrológicamente;	X					
d) los resultados antes y después de cualquier ajuste o reparación, si están disponibles;	X					
e) cuando sea pertinente, una declaración de conformidad con los requisitos o especificaciones;	X					
f) cuando sea apropiado, opiniones e interpretaciones.	X					
7.8.4.2 Cuando el laboratorio es responsable de la actividad de muestreo, los certificados de calibración deben cumplir con los requisitos enumerados en el apartado 7.8.5, cuando sea necesario para la interpretación de los resultados de calibración.	X					
7.8.4.3 Un certificado o etiqueta de calibración no debe contener recomendaciones sobre el intervalo de calibración, excepto cuando así se haya acordado con el cliente.	X					
7.8.5 Información de muestreo - requisitos específicos Cuando el laboratorio es responsable de la actividad de muestreo, además de los requisitos enumerados en el apartado 7.8.2, los informes deben incluir lo siguiente, cuando sea necesario para la interpretación de los resultados:	X					
a) la fecha del muestreo;	X					
b) la identificación única del ítem o material sometido a muestreo (incluido el nombre del fabricante, el modelo o	X					

tipo de designación y los números de serie, según sea apropiado);						
c) la ubicación del muestreo, incluido cualquier diagrama, croquis o fotografía;	X					
d) una referencia del plan y método de muestreo;	X					
e) los detalles de cualquier condición ambiental durante el muestreo, que afecte a la interpretación de los resultados;	X					
f) la información requerida para evaluar la incertidumbre de medición para ensayos o calibraciones subsiguientes.	X					
<b>7.8.6 Información sobre declaraciones de conformidad</b>						
7.8.6.1 Cuando se proporciona una declaración de conformidad con una especificación o norma, el laboratorio debe documentar la regla de decisión aplicada, teniendo en cuenta el nivel de riesgo (tales como una aceptación o rechazo incorrecto y los supuestos estadísticos) asociado con la regla de decisión empleada y aplicar dicha regla.		X			Procedimiento "PC-13 Proc. regla de decisión y declaración de la conformidad" en el cual se define la metodología llevada a cabo para declarar conformidad con una especificación o norma, en función de los requerimientos del cliente y documenta la regla de decisión a emplear por el laboratorio para declarar conformidad.	
7.8.6.2 El laboratorio debe informar sobre la declaración de conformidad de manera que identifique claramente:						
a) a qué resultados se aplica la declaración de conformidad;		X				
b) qué especificaciones, normas o partes de ésta se cumplen o no;		X				
c) la regla de decisión aplicada (a menos que sea inherente a la especificación o norma solicitada).		X				
<b>7.8.7 Información sobre opiniones e interpretaciones</b>						
7.8.7.1 Cuando se expresan opiniones e interpretaciones, el laboratorio debe asegurarse de que solo el personal autorizado para expresar opiniones e interpretaciones libere la declaración respectiva. El laboratorio debe documentar la base sobre la cual se han emitido opiniones e interpretaciones.		X			Las opiniones o interpretaciones solo se emiten cuando el cliente lo solicita o si se observa una anomalía en el resultado, teniendo en cuenta el comportamiento del material y especificaciones que da la norma, en estos casos se emiten en las observaciones del informe, identificando claramente la especificación o norma (numerales y versión). Estas serán emitidas exclusivamente por el	
7.8.7.2 Las opiniones e interpretaciones expresadas en los informes se deben basar en los resultados obtenidos del ítem ensayado o calibrado y se deben identificar claramente como tales.		X				
7.8.7.3 Cuando las opiniones e interpretaciones se comunican directamente mediante diálogo con el cliente, se deben conservar los registros de tales diálogos.		X				

					personal autorizado para tal fin.	
<b>7.8.8 Modificaciones a los informes</b>						
7.8.8.1 Cuando se necesite cambiar, corregir o emitir nuevamente un informe ya emitido cualquier cambio en la información debe estar identificado claramente, y cuando sea apropiado, se debe incluir en el informe la razón del cambio.		X			Las correcciones o modificaciones a los informes emitidos, se realizarán en un nuevo informe con un número diferente de consecutivo y en las observaciones se debe incluir la referencia del original que reemplaza y la declaración sobre los cambios realizados; de acuerdo con lo establecido en el "Procedimiento para la elaboración y revisión de informes de ensayo PE-02". En el título se expresa que dicho informe es un cambio del informe anterior y su razón.	
7.8.8.2 Las modificaciones a un informe después de su emisión se deben realizar solamente en la forma de otro documento, o de una transferencia de datos, que incluya la declaración: "Modificación al informe, número de serie ... [o identificado de cualquier otra manera]" o una forma equivalente de redacción.		X				
7.8.8.3 Cuando sea necesario emitir un nuevo informe completo, se debe identificar de forma única y debe contener una referencia al original al que reemplaza.		X				
		<b>30</b>	<b>1</b>	<b>2</b>		
<b>7.9 QUEJAS</b>		<b>100%</b>				
7.9.1 El laboratorio debe contar con un proceso documentado para recibir, evaluar y tomar decisiones acerca de las quejas.		X			El laboratorio de ensayos químicos se rige por la política "Política de Quejas" en el cual se compromete con la satisfacción de sus clientes, por lo cual, dispone de un proceso documentado para la atención de las quejas que se puedan presentar frente a los aspectos del servicio relacionados con la operación coherente, competencia del laboratorio y los requisitos acordados con cliente. Dicho	
7.9.2 Debe estar disponible una descripción del proceso de tratamiento de quejas para cuando lo solicite cualquier parte interesada. Al recibir la queja, el laboratorio debe confirmar si dicha queja se relaciona con las actividades de laboratorio de las que es responsable, y en caso afirmativo, tratarlas. El laboratorio debe ser responsable de todas las decisiones a todos los niveles del proceso de tratamiento de quejas.		X				
7.9.3 El proceso de tratamiento de quejas debe incluir, al menos. los elementos y métodos						
a) una descripción del proceso de recepción, validación, investigación de la queja y decisión sobre las acciones a tomar para darles respuesta;		X				

b) el seguimiento y registro de las quejas, incluyendo las acciones tomadas para resolverlas;		X			procedimiento se encuentra documentado en el "PC-07 Procedimiento para atención de quejas" por medio del cual se establece como recibir, registrar, analizar y responder las solicitudes y quejas de los clientes, de manera que todas las personas de la organización conozcan de forma inequívoca la reacción frente a las mismas.
c) asegurarse de que se toman las acciones apropiadas.		X			
7.9.4 El laboratorio que recibe la queja debe ser responsable de recopilar y verificar toda la información necesaria para validar la queja.		X			
7.9.5 Siempre que sea posible, el laboratorio debe acusar recibo de la queja y debe facilitar a quien presenta la queja, los informes de progreso y del resultado del tratamiento de la queja.		X			
7.9.6 Los resultados que se comuniquen a quien presenta la queja deben realizarse por, o revisarse y aprobarse por, personas no involucradas en las actividades de laboratorio que originaron la queja.		X			
7.9.7 Siempre que sea posible, el laboratorio debe notificar formalmente a quien presenta la queja, el cierre del tratamiento de la queja.		X			
		9	0	0	
<b>7.10 TRABAJO NO CONFORME</b>			<b>100%</b>		
7.10.1 El laboratorio debe contar con un procedimiento que se debe implementar cuando cualquier aspecto de sus actividades de laboratorio o los resultados de este trabajo no cumplan con sus propios procedimientos o con los requisitos acordados con el cliente. El procedimiento debe asegurar que:					El laboratorio de ensayos químicos se rige por la política "Política de trabajos no conformes de ensayo y/o calibración" en la cual se busca asegurar la calidad, confiabilidad y competencia en la ejecución de los ensayos y calibraciones; identificando y dando el tratamiento adecuado, a cualquier aspecto en los trabajos y los resultados de éstos, que no cumpla con los requisitos acordados con el cliente. El procedimiento "PC-06 Procedimiento para control de trabajos no conformes" el cual establece el tratamiento a seguir para los trabajos no conformes
a) estén definidos las responsabilidades y autoridades para la gestión del trabajo no conforme;		X			
b) las acciones (incluyendo la detención o repetición del trabajo y la retención de los informes, según sea necesario) se basan en los niveles de riesgo establecidos por el laboratorio;		X			
c) se haga una evaluación de la importancia del trabajo no conforme, incluyendo análisis del impacto sobre los resultados previos;		X			
d) se tomó una decisión sobre la aceptabilidad del trabajo no conforme;		X			
e) cuando sea necesario, se notifica al cliente y se anule el trabajo;		X			
f) se defina la responsabilidad para autorizar la reanudación del trabajo.		X			




7.10.2 El laboratorio debe conservar registros del trabajo no conforme y las acciones según lo especificado en el apartado 7.10.1 viñetas b) a f).		X			generados en la ejecución de las actividades del ensayo.	
7.10.3 Cuando la evaluación indique que el trabajo no conforme podría volver a ocurrir o exista duda acerca del cumplimiento de las operaciones del laboratorio con su propio sistema de gestión, el laboratorio debe implementar acciones correctivas.		X			El tratamiento de estos es responsabilidad del Jefe de Laboratorio. Para el registro de la información respecto del caso no conforme se utiliza el formato "F-593 Control de trabajo no conforme".	
		8	0	0		
<b>7.11 CONTROL DE LOS DATOS Y GESTIÓN DE LA INFORMACIÓN</b>		100%				
7.11.1 El laboratorio debe tener acceso a los datos y a la información necesaria para llevar a cabo las actividades de laboratorio.		X			El personal que ejecuta el ensayo de determinación del contenido de sales solubles tiene los permisos requeridos para acceder a la información necesaria para el desarrollo del mismo, se tiene acceso a base de datos interna del SGC (Formatos, Procedimientos, Procedimiento de ensayo), SAP, Normas y Bibliografía.	
7.11.2 Los sistemas de gestión de la información del laboratorio utilizados para recopilar, procesar, registrar, informar, almacenar o recuperar datos se deben validar en cuanto a su funcionalidad, incluido el funcionamiento apropiado de las interfaces dentro de los sistemas de gestión de la información del laboratorio, por parte del laboratorio antes de su introducción. Siempre que haya cualquier cambio, incluida la configuración del software del laboratorio o modificaciones al software comercial listo para su uso, se debe autorizar, documentar y validar antes de su implementación.		X			Anualmente, el Jefe del Laboratorio realiza la verificación de las hojas electrónicas (plantillas Excel) utilizadas para el cálculo de resultados de ensayo y calibración, haciendo uso del formato de "Verificación manual hojas de cálculo (prueba de escritorio) F-590".	
7.11.3 El sistema de gestión de la información del laboratorio debe:					El almacenamiento, protección y transmisión de datos se realiza tal y como	
a) estar protegido contra acceso no autorizado;		X				

b) estar salvaguardado contra manipulación indebida y pérdida;		X			está descrito en el "Procedimiento para control de registros PC-05", y en el "Procedimiento de imparcialidad, confidencialidad e integridad PC-10".	
c) ser operado en un ambiente que cumpla con las especificaciones del proveedor o del laboratorio o, en caso de sistemas no informáticos, que proporcione condiciones que salvaguarden la exactitud del registro y transcripción manuales;		X				
d) ser mantenido de manera que se asegure la integridad de los datos y de la información;		X				
e) incluir el registro de los fallos del sistema y el registro de las acciones inmediatas y correctivas apropiadas.		X				
7.11.4 Cuando los sistemas de gestión de la información del laboratorio se gestionan y mantienen fuera del sitio o por medio de un proveedor externo, el laboratorio debe asegurar que el proveedor u administrador del sistema cumple todos los requisitos aplicables de este documento.	X					
7.11.5 El laboratorio debe asegurarse de que las instrucciones, manuales y datos de referencia pertinentes al sistema de gestión de la información del laboratorio estén fácilmente disponibles para el personal.		X				
		8	0	0		

**Nota.** Resultados del diagnóstico del ensayo respecto de los requisitos del capítulo 7 requisitos relativos al proceso. Tomado de INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN, NTC-ISO/IEC 17025 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. Bogotá D.C.: ICONTEC, 2017.

### ANEXO 3.

## PROTOCOLO DE VALIDACIÓN PARA EL PROCESO DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE SALES SOLUBLES EN LOS SUELOS UTILIZADO EN EL ÁREA DE ENSAYOS QUÍMICOS DEL LABORATORIO CONCRELAB S.A.S.

	PROTOCOLO DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE SALES SOLUBLES	Código: TBD	Versión: 1
		Actualización: 2021-06-10	

### OBJETIVO

Establecer el procedimiento de validación del método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos, ensayo identificado con el código QMC 001.

### ALCANCE

Este documento define la metodología llevada a cabo para la validación del método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos, los equipos, materiales y reactivos; los procedimientos, los parámetros de validación, su forma de cálculo y criterio de aceptación; aplicado solo para el ensayo en cuestión.

### RESPONSABILIDAD

El almacenamiento, protección y uso del presente protocolo de validación es responsabilidad del laboratorio de ensayos químicos de la empresa Concrelab S.A.S.








### REACTIVOS

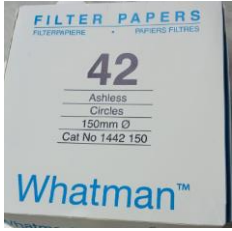



A continuación se muestran los reactivos utilizados en la ejecución del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos.

Reactivo	Fórmula química	Especificaciones	Proveedor
Agua destilada y desionizada	$H_2O$	-	Microgen
Ácido clorhídrico	$HCl$	Concentración del 37% v/v	Merck
Sulfato de sodio	$Na_2SO_4$	Pureza del 99% p/p	Artilab

### MATERIALES

Los materiales requeridos en la ejecución del ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos se muestran a continuación:





Nombre	Imagen	Capacidad	Incertidumbre
Frasco de vidrio		1 L	N/A
Espátula		N/A	N/A
Vidrio de reloj		N/A	N/A
Probeta		500 mL	$\pm 2,5$ mL
Pipeta		25 mL	$\pm 0,15$ mL
Matriz de Kitasato		500 mL	N/A
Embudo Büchner		100 mL	N/A

Papel filtro de poro fino		Filtro Whatman # 42	N/A
Probeta		100 mL	± 0,5 mL
Cápsula de porcelana		N/A	N/A
Pinzas		N/A	N/A
N/A: No Aplica			

## EQUIPOS

Los equipos utilizados el ensayo para la determinación del contenido de sales solubles en los suelos se presentan a continuación, recuperando su fecha de calibración:

Equipo	Imagen	Especificaciones	Fecha última calibración
Cabina de extracción		No. Inventario: 304 Nombre: cabina de extracción de gases y vapores Marca: BIOBASE Modelo: FH 1000(A) Serie: FH 10 Z 1604004A	7/10/2021

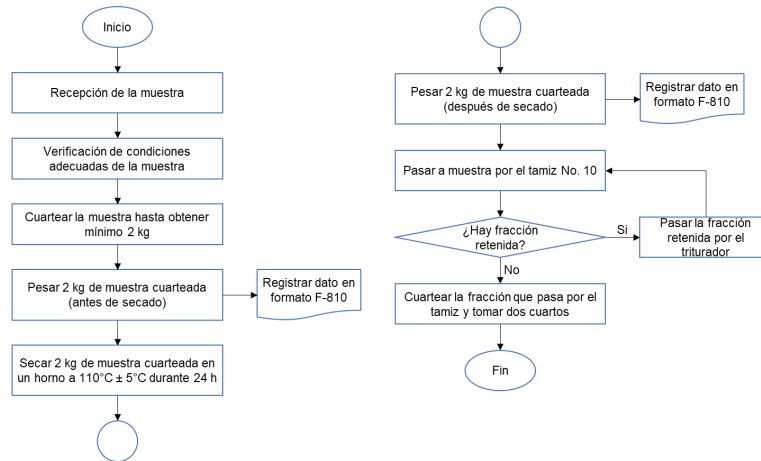
Balanza		No. Inventario: 311 Nombre: balanza electrónica 120g Marca: PRECISA Modelo: 360 ES-120A Serie: (4603237)3609237-001	21/01/2021
Horno		No. Inventario: 00086 Nombre: Horno Pinzuar de T <sub>amb</sub> + 5°C -200°C Marca: PINZUAR Modelo: PG-190 Serie: -	7/10/2020
Tamiz		No. Inventario: 17101 Nombre: Tamiz No. 10 Marca: J. Bolaños Modelo: Standard ASTME-11. Serie: N/A	24/06/2021
Triturador		No. Inventario: 21061 Nombre: Camisa de trituración Marca: N/R Modelo: N/R Serie: N/R	N/R
Balanza		No. Inventario: 312 Nombre: balanza electrónica 1020g Marca: PRECISA Modelo: BJ 1000G Serie: (166431)1659425-050	3/08/2021

Rotador (Agitador por volteo)		No. Inventario: 305 Nombre: Rotador Marca: HEIDOLPH Modelo: REAX 20/4 Serie: 200112218-0717	N/A
Cronómetro		No. Inventario: 000213 Nombre: cronometro digital Marca: CASIO Modelo: 123 Serie: AK 4562	4/01/2021
Bomba de vacío		No. Inventario: 309 Nombre: bomba de vacío Marca: VACUUBRAND Modelo: MZ1C Serie: 42321906	23/06/2021
Baño maría		No. Inventario: 316 Nombre: baño maría de precisión Marca: FISHER SCIENTIFIC Modelo: FSGPD05 Serie: 300163895	11/08/2021
Desecador		No. Inventario: 321 Nombre: Desecador con plato de porcelana Marca: BRIXCO Modelo: N/R Serie: N/R	4/01/2021*
<p>N/R: No Registra * Fecha de revisión de integridad, más que calibración</p>			

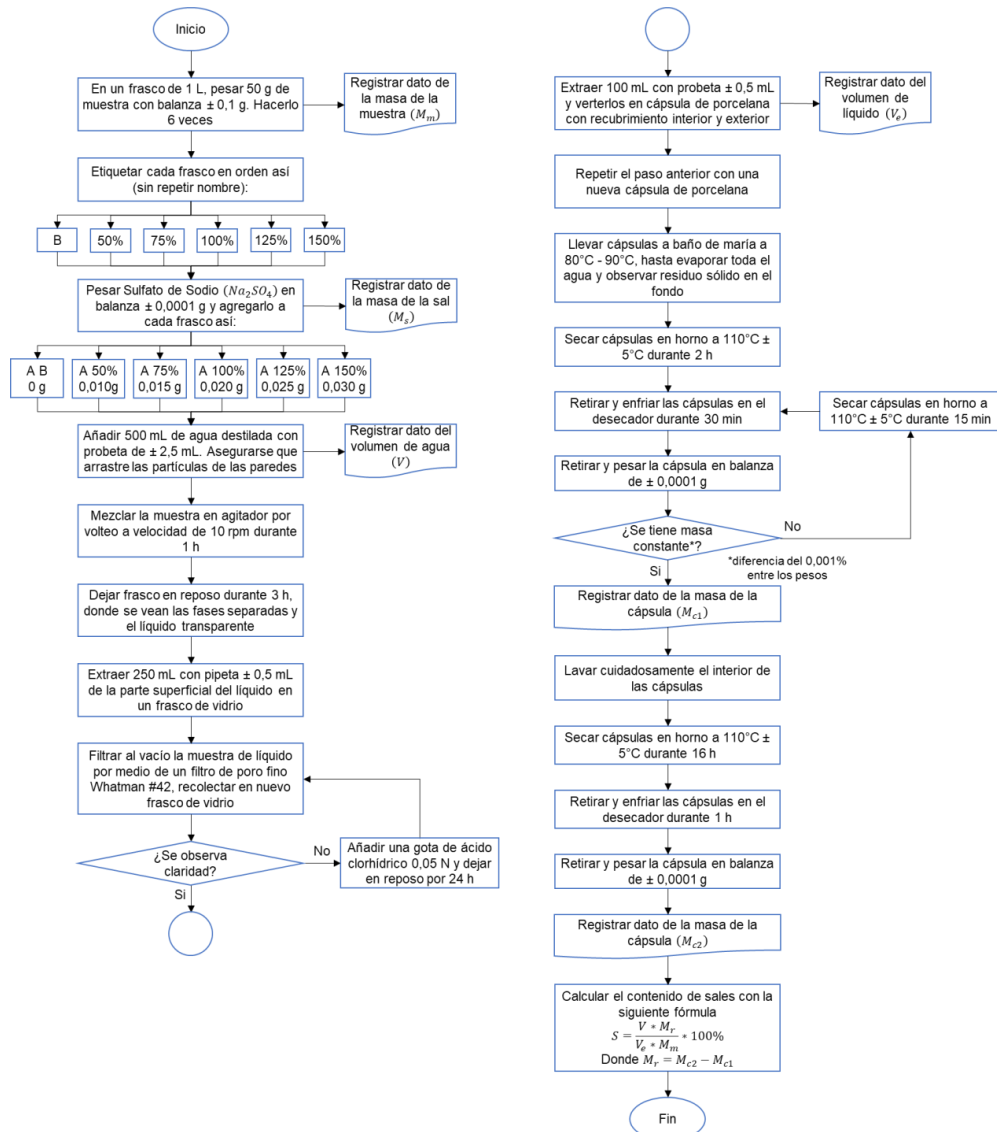
## PROCEDIMIENTOS

Los procedimientos a realizar van en línea con lo establecido por la norma técnica INV E – 158/13, y se presentan en forma de diagrama de flujo.

## Procedimiento de preparación del ítem de ensayo (muestra).



## Procedimiento del ensayo de sales solubles QMC 001.





## PARÁMETROS DE DESEMPEÑO ANALÍTICO

Los parámetros de validación seleccionados, con base en lo planteado por Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos – Invima; son: linealidad, límite de detección y límite de cuantificación, exactitud, precisión (repetibilidad y reproducibilidad), intervalo de trabajo, sensibilidad y selectividad.

### Linealidad

La determinación de la linealidad de un método analítico permite describir la relación proporcional entre la concentración del analito en la muestra y el resultado del método. La evaluación de este parámetro se realiza a través del análisis del coeficiente de correlación ( $r$ ) [18] y para su estimación se utiliza el método de regresión por mínimos cuadrados, el cual se representa en las siguientes ecuaciones.

*Expresión matemática para una línea recta.*

$$y = a_0 + a_1x$$

Donde  $a_0$  y  $a_1$  son coeficientes que representan el intercepto con el eje  $y$  y la pendiente, respectivamente.

*Fórmula para la determinación de la pendiente.*

$$a_1 = \frac{np \sum(x_i y_i) - (\sum x_i)(\sum y_i)}{np \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

*Fórmula para la determinación del intercepto.*

$$a_0 = \bar{y} - a_1 \bar{x}$$

*Fórmula para la determinación del valor promedio.*

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$$

$$\bar{y} = \frac{\sum y_i}{n}$$

Una vez determinados estos parámetros es posible estimar los coeficientes de correlación ( $r$ ) y de determinación ( $r^2$ ) para conocer el grado de ajuste de la regresión.

*Fórmula para la determinación del coeficiente de correlación.*

$$r = \frac{np \sum(x_i y_i) - (\sum x_i)(\sum y_i)}{\sqrt{np \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \sqrt{np \sum y_i^2 - (\sum y_i)^2}}$$

Cabe ahora la pregunta ¿cómo determinar si el ajuste representa realmente el comportamiento de los datos? Esto se realiza a través de la comparación del valor del coeficiente de correlación, si el valor de dicho coeficiente es mayor a 0,99 ( $r > 0,9900$ ) se puede decir que el comportamiento de los datos se puede ajustar a una regresión de tipo lineal.

Ahora bien, no basta con esto, es necesario corroborar que existe una correlación significativa según una distribución de t-Student, para ello se realiza un análisis estadístico planteando una hipótesis nula ( $H_0$ ) y alternativa ( $H_A$ ), representadas a continuación.

Hipótesis	Expresión
Nula	$H_0: a_1 = 0$
Alternativa	$H_A: a_1 \neq 0$

Para discernir entre la aceptación o negación de la hipótesis nula se calcula el estadístico de prueba ( $t_{cal}$ ) y se compara con el valor de tablas, de acuerdo con  $n - 2$  grados de libertad (siendo  $n$  el número de datos) y el intervalo de confianza ( $1 - \alpha$ ).

*Fórmula para la determinación del estadístico de prueba t para el coeficiente de correlación.*

$$t_{cal} = \frac{r\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

*Criterios de comparación del estadístico de prueba t – linealidad.*

Criterio	Conclusión
$t_{cal} < t_{(n-2;\alpha/2)}$	Se acepta hipótesis nula
$t_{cal} \geq t_{(n-2;\alpha/2)}$	Se rechaza hipótesis nula

### Límite de detección y cuantificación

El límite de detección del método ( $LDM$ ) se define como la concentración mínima de analito que da un resultado igual al blanco más tantas veces la desviación estándar del blanco ( $s_b$ ) con un nivel de confianza del 99,0%. Este parámetro se interpreta como la cantidad más baja de analito que puede ser detectada por el método.

*Fórmula para la determinación del límite de detección del método (LDM).*

$$LDM = a_0 + t_{(n-1;\alpha=1\%)}s_b$$

El límite de cuantificación del método ( $LCM$ ) se define como la cantidad más baja de analito que puede ser cuantificada por el método con exactitud y precisión aceptables. Y, de forma análoga al  $LDM$ , este parámetro se calcula con la siguiente ecuación.

*Fórmula para la determinación del límite de cuantificación del método (LCM).*

$$LCM = a_0 + 10s_b$$

### Exactitud

La exactitud se entiende cómo el nivel de cercanía entre los resultados del ensayo y el valor real de analito en la muestra. Se evalúa a través del porcentaje de recuperación ( $\%R$ ) de analito en muestra donde se ha agregado una cantidad conocida del mismo.

*Fórmula para la determinación del porcentaje de recuperación (%R).*

$$\%R = \frac{x_{experimental}}{x_{real}} * 100\%$$

Dado que el nivel de contenido de sal solubles permitido es del orden de 0,2% (según lo establecido en el artículo 610/13 de las normas INVIAS), el porcentaje de recuperación debe encontrarse entre 95,0% y 105,0% para ser aceptado.

**Precisión**

La precisión se evaluará a través de la repetibilidad y reproducibilidad. La primera se refiere a la precisión bajo las mismas condiciones de operación, y se evalúa a través de la determinación del coeficiente de variación (%CV).

*Fórmula el cálculo de la desviación estándar (s).*

$$s = \sqrt{\frac{\sum((x_i - \bar{x})^2)}{n - 1}}$$

*Fórmula el cálculo del coeficiente de variación (%CV).*

$$\%CV = \frac{s}{\bar{x}} * 100\%$$

Dado que el nivel de contenido de sal solubles permitido es del orden de 0,2% (según lo establecido en el artículo 610/13 de las normas INVIAS), el coeficiente de variación debe ser menor o igual al 3,7% para ser aceptado.

A su vez, la reproducibilidad expresa la precisión cuando se presentan alteraciones en las condiciones operativas, y se evalúa definiendo si existen, o no; diferencias significativamente estadísticas entre el grupo de datos, para ello se plantea un análisis de varianza (ANOVA) de un factor. De acuerdo a ello, se plantean la hipótesis nula ( $H_0$ ) y alternativa ( $H_A$ ).

Hipótesis	Expresión
Nula	$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k = \mu$
Alternativa	$H_A: \mu_i \neq \mu_j \text{ para algún } i \neq j$

*Criterios de comparación del estadístico de prueba F.*

Criterio	Conclusión
$F_0 \leq F_\alpha$	Se acepta hipótesis nula
$F_0 > F_\alpha$	Se rechaza hipótesis nula

**Intervalo de trabajo y sensibilidad**

El intervalo de trabajo se establece como el rango más estrecho donde el intervalo cumple con los criterios de linealidad, precisión y exactitud. Así mismo, la sensibilidad es el cociente entre el cambio en la respuesta del método y el cambio correspondiente del valor de la cantidad de analito en la muestra, esta se determina con la pendiente de la regresión lineal.

### **Selectividad**

La selectividad es la capacidad del método de medir específicamente el analito en presencia de los componentes presentes en la muestra, sin ser interrumpida por impurezas. Al garantizar la linealidad, exactitud y precisión (repetibilidad y reproducibilidad) se puede afirmar la selectividad del método para el analito en cuestión, esto por la naturaleza del mismo al ser de tipo gravimétrico.

### **EXPERIMENTO**

Se llevó a cabo un diseño de experimentos de arreglo factorial de dos factores, siendo estos: cantidad de sal agregada y operario. La primera variable con seis niveles (0,000 g; 0,010 g; 0,015 g; 0,020 g; 0,025 g y 0,030 g) y la segunda con dos (operario 1 y operario 2); realizando tres réplicas. En este sentido se corrió un arreglo factorial de dos factores 6x2 con 3 réplicas.

### **REVISIÓN Y APROBACIÓN**

Realizó: Tesisistas	Revisó:	Aprobó:

## **ANEXO 4.**

### **RECOMENDACIONES**

Validar los demás ensayos realizados en el laboratorio de ensayos químicos de la empresa Concrelab S.A.S. para garantizar la calidad de los mismos con base en los requerimientos de la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017.

Evaluar la robustez del método con el fin de demostrar su capacidad de permanecer inalterado ante pequeñas pero deliberadas variaciones en ciertos parámetros operacionales.

Evaluar el impacto en la validez del método al usar un agente coagulante, con el fin de favorecer la sedimentación de las partículas coloidales que representan una interferencia del método; buscando una mejora operacional.

Realizar una revalidación del método de ensayo para la determinación del contenido de sales solubles cuando se presenten variaciones en las condiciones de operación.

Planear y ejecutar programas de pruebas interlaboratorio en contraste con laboratorios acreditados para complementar el proceso de validación y el aseguramiento de validez de resultados, en conformidad con el artículo 7.7 de la norma NTC – ISO/IEC 17025/2017.