

El Sistema de la calidad en los laboratorios de técnicas analíticas nucleares y complementarias del IPEN: Balance de 12 años

Blanca Torres *

Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Dentro del programa a nivel regional “Acuerdo Regional de Cooperación para América Latina y el Caribe (ARCAL) del Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA), se participó en dos proyectos: ARCAL XXVI y ARCAL LXXVI, el primero con el fin de implementar un sistema de la calidad dentro de la NTP- ISO 17025 “Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de calibración y ensayo”, en laboratorios que utilizan técnicas nucleares y convencionales y el segundo para su sostenibilidad. En el presente artículo se detalla la metodología, las actividades desarrolladas, las experiencias y los logros alcanzados por los laboratorios participantes del IPEN.

Abstract

Within the programme at regional level “Co-operation Agreement for the Promotion of Nuclear Science and Technology in Latin America and the Caribbean (ARCAL), analytical technique laboratories were involved in two projects, ARCAL XXVI and ARCAL LXXVI. The first project was for implementing a quality system to meet the requirements of NTP ISO 17025 2005 for competence of calibration and testing laboratories in laboratories using nuclear and conventional techniques. The second project was for achieving laboratory sustainability. The present article details the methodology, activities, experiences and achievements obtained by the laboratories participants of IPEN.

1. Introducción

En la década de los años 80 y 90 fueron acondicionados y puestos en operación los laboratorios del IPEN que utilizaban técnicas analíticas nucleares; paralelamente, un grupo de profesionales fueron capacitados, en colaboración con el OIEA y dentro de sus diversos programas de apoyo, para investigar y desarrollar los métodos analíticos.

En el año 1996 para iniciar el primer proyecto sobre el tema, se consideró que después de haber desarrollado las técnicas, era necesario también asegurar que los resultados fueran confiables y veraces. Para ese entonces, ya se habían realizado inter-comparaciones de resultados entre los laboratorios y se observó que éstos no eran reproducibles. Por esta razón se aprobó el proyecto “Aseguramiento de la Calidad en los laboratorios analíticos ARCAL XXVI” participando por el país los laboratorios de activación neutrónica (AAN) fluorescencia de rayos-x (FRX) y control ambiental (COAM).

Sin embargo, para mantener el cumplimiento de los requisitos de la norma NTP- ISO

17025 “Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de calibración y ensayo”[1], se hizo imprescindible contar nuevamente con el apoyo del programa y se propuso el segundo proyecto a nivel regional que fue aprobado en el año 2002, ARCAL LXXVI “Sostenibilidad de los sistemas de la calidad en los laboratorios que utilizan técnicas analíticas nucleares y complementarias”, en ella participaron los laboratorios de AAN, FRX, COAM y el laboratorio de radio protección y dosimetría (RADO).

2. Objetivo

Los objetivos de ambos proyectos fueron el diseño de un programa de Aseguramiento de la Calidad e implementar un Sistema de Gestión de la Calidad (SGC) para lograr un reconocimiento o la acreditación Nacional; garantizar y mejorar el nivel alcanzado en la implementación del SC en los laboratorios analíticos; desarrollar la capacidad de organización de los ensayos ínter laboratorios nacionales y fortalecer la capacidad regional;

* Correspondencia autor: btorres@ipen.gob.pe

armonizar criterios de evaluación de la incertidumbre de los resultados; contar con un auditor líder en cada país y crear las bases para el reconocimiento mutuo entre los laboratorios de la región. Todos estos objetivos con el propósito de asegurar la confiabilidad de los resultados obtenidos mediante las técnicas analíticas nucleares y complementarias, considerándose como tales la AAN, FRX, absorción atómica (AAS) y espectrometría nuclear (EN).

3. Metodología

Para implementar el SC y participar en los proyectos, se identificaron dos requisitos importantes; en primer lugar, el compromiso financiero y administrativo de la Alta Dirección de la institución durante el proceso de implementación, responsabilidad que asumieron los funcionarios de ese entonces, y en segundo lugar, contar con laboratorios equipados y personal capacitado.

El programa se realizó con metas bien definidas en acciones y tiempo, la metodología en general fue la siguiente: Redacción del Manual de la Calidad aplicando la NTP ISO/IEC 17025 [2,3], así como los procedimientos e instrucciones tanto de gestión como técnicos; actualización y capacitación de los profesionales, a través de cursos, talleres y asesoramiento tanto regionales como nacionales en: Gestión de la Calidad (Uruguay, Perú (1998)), metrología y calibración en técnicas analíticas (Chile, Uruguay (1999)), formación de auditores internos y líder (Bolivia, Perú (1999-2000)), validación de métodos de ensayo e incertidumbre de las mediciones (Chile); entrenamiento en grupo de las técnicas de FRX y EN (Cuba y Chile); participación en ensayos de aptitud (organizados por organismos internacionales (2000-2009)); auditorías (2000) y contribución por parte de ARCAL con materiales de referencia, fuentes de calibración y soluciones estándar.

Para desarrollar una red de aseguramiento y control de la calidad, a solicitud del IPEN y ARCAL, el laboratorio de referencia Centro Panamericano de la Salud y Medio Ambiente (CEPIS) organizó un ensayo de aptitud ínter laboratorios en muestras de agua [4] evaluándose a 48 laboratorios de la región.

Para crear las bases de reconocimiento mutuo entre los laboratorios de la región se elaboró una base de datos de sus capacidades analíticas en la página Web de ARCAL.

Se contó con el acertado asesoramiento para temas de tecnología química del Ph.D. Peter Bode (OIEA), especialista en análisis por activación neutrónica, consultor y asesor en la implementación de SC [5], quien con su larga experiencia como investigador en técnicas analíticas nucleares hizo un aporte preciso para la implementación del SC, en conjunto con la Dra. Teresita Villar experta en gestión de la calidad y auditorías, con los auditores: Dr. Peter de Regge y la Dra. Magali Gácita, ambos auditores del OIEA.

4. Logros y resultados

En análisis por activación neutrónica, con el fin de asegurar la calidad de los resultados se tomaron entre otras las siguientes acciones: Se elaboraron programas de mantenimiento para los equipos, con el personal calificado, entrenado y autorizado para la operación del equipamiento; se adecuó el tipo y cantidad de los monitores de flujo en función de la facilidad de irradiación; se establecieron procedimientos para el envío de muestras, contemplando la seguridad radiológica, medición del flujo electrónico, cálculo de las variables críticas, control de parámetros de razón de flujo neutrónico térmico y epitérmico[6], factor de corrección de la conducta no ideal del flujo epitérmico en cada cambio de configuración del núcleo [7], factor de corrección del efecto suma por coincidencia[8]; igualmente, se establecieron procedimientos para mantener la misma geometría entre patrón y muestra, los tiempos de irradiación y medición se sincronizaron con el reloj atómico de alta precisión (NIST F1), se controlaron las impurezas de las cápsulas de irradiación, porta muestra y blindaje.

En general, en los laboratorios participantes: los detectores de los sistemas de espectrometría gamma y fluorescencia de rayos X son calibrados sistemáticamente en energía y eficiencia (Figura 1); corrección del tiempo muerto y el efecto pile up mediante un generador de pulsos, uso de valores extrapolados para corregir efectos de autocoincidencia verdadera gamma-gamma; la corriente de tierra es controlada para

monitorear la presencia de ruido electrónico en la línea de tensión; cálculo de factores de corrección por interferencia espectral; verificación y registro de la estabilidad y resolución del ángulo crítico del sistema, mediante fuentes de calibración (¹⁵²Eu); calibración de balanza y de los materiales de medición, control de temperatura y humedad en los ambientes de medición, control de la calidad del detector mediante la razón FTWM/FWHM y monitoreo de la resolución a altas y bajas energías.

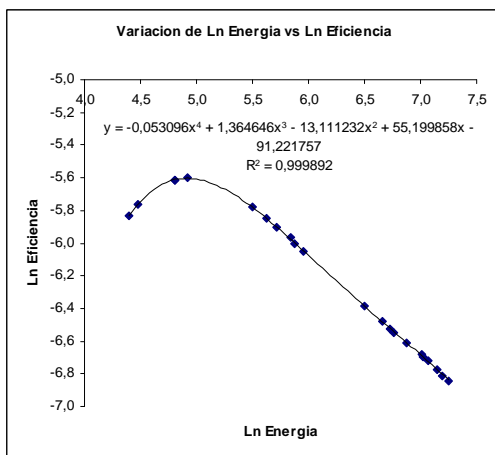


Figura 1. Cálculo de la eficiencia en función de la energía.

Todos los instrumentos de medición que se utilizan, tales como: pH metros, reloj, estufas, horno, termómetros, higrómetro se encuentran calibrados y son trazables a estándares internacionales. Todo equipo nuevo es verificado y probado por personal calificado.

Aseguramiento de la calidad de los resultados: como se informan fundamentalmente valores de concentraciones de elementos químicos, la trazabilidad y veracidad de los resultados se controlan simultáneamente analizando materiales de referencia (MRC) de matriz parecida o equivalente a la muestra problema ver un ejemplo en la Tabla 1. La política general es analizar por duplicado y verificar que los resultados se encuentren bajo control siguiendo procedimientos disponibles (Figuras 2 y 3).

Tabla 1. Uso de materiales de referencia en muestras de ceniza de carbón NIST 1633 Coal Fly Ash. Resultados en mg/kg +/- IC.

Elemento	NIST 1633+/-I.C.	QUIM +/- U _{exp}
Al	680 +/- 220	750 +/- 140
As	0,63 +/- 0,16	0,69 +/- 0,12
Ba	709 +/- 27	753 +/- 132
Cr	198,2 +/- 4,7	199,6 +/- 5,4
Fe*	7,78 +/- 0,23	7,78 +/- 0,23
K*	1,95 +/- 0,03	1,95 +/- 0,02
Mg	0,482 +/- 0,008	0,465 +/- 0,05
Mn	131,8 +/- 1,7	126,5 +/- 2,6
Na*	0,201 +/- 0,003	0,206 +/- 0,007
Sr	1041 +/- 14	1035 +/- 5,1
Th	25,7 +/- 1,3	24,3 +/- 0,7
Ti	0791 +/- 0,014	0,738 +/- 0,02
U	8,79 +/- 0,36	7,62 +/- 0,73
V	295,7 +/- 3,6	299 +/- 16

* resultados en %

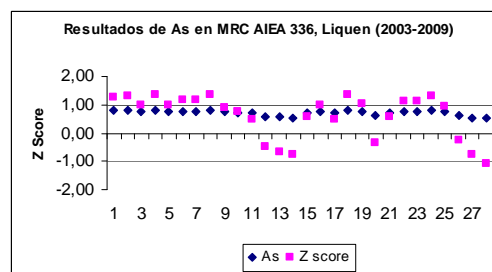


Figura 2. Carta de control de seguimiento de los resultados de As en material biológico en función del Z-score.

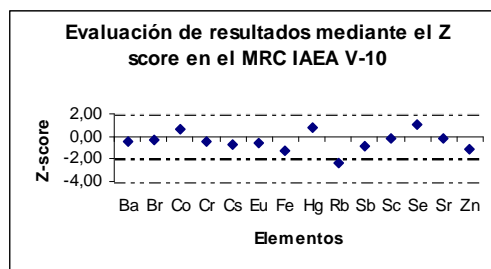


Figura 3. Carta de control de evaluación de resultados.

El proyecto permitió ingresar al conocimiento apropiado de los requerimientos de la norma y procedimientos dirigidos al control de la calidad de los resultados analíticos.

Con la ejecución de este proyecto se alcanzó la implantación del SC, brindando confiabilidad en la aplicación de las técnicas analíticas nucleares y obteniendo un reconocimiento del OIEA a los laboratorios

participantes que alcanzaron el puntaje necesario durante las auditorías realizadas por expertos del OIEA. El sistema de la calidad se implantó a nivel del Departamento de Química y Control Ambiental, consiguiéndose una mejor gestión.

En el aspecto técnico, permitió identificar posibles fuentes de error que afectan la exactitud de los análisis y tomar las medidas preventivas y correctivas, todos los laboratorios validaron sus ensayos de rutina indicando el grado de incertidumbre de sus resultados [9].

Se tuvo el apoyo y el reconocimiento por parte de las autoridades del IPEN y el Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y

Ciencias del Ambiente (CEPIS) para realizar la organización y evaluación del ensayo de aptitud en matriz de agua para los proyectos RLA/2/011 y RLA/8/031, ofreciendo a la región servicios de organización y evaluación de ensayos de aptitud en matriz agua.

Los laboratorios participan cada año en ensayos de aptitud con el fin de evaluar sus resultados y cumplir con los requerimientos de la norma, (Tabla 2 y Figura 4) [10,11]. Cabe informar que la evaluación con el Z score nos indica que los resultados con un Z-score 1 o -1 es satisfactorio, con un Z-score 2 ó -2 es cuestionable y con Z-score 3 ó -3 es insatisfactorio [12].

Tabla 2. Participación en las rondas de intercomparación durante los años que se establecieron el sistema de gestión de la calidad en los laboratorios de AAN y AAS 2000-2008.

Fecha	Organizador	Nombre	Muestras
Feb, 1998	IAEA- ARCAL XXVI [13]	Proficiency Test	IAEA SL-1 sediment
Jan, 1999	IAEA- CRP 9619/RO [14]	Proficiency Test	CCu-1c Conc, Cu
May, 2000	IAEA - Section of Nutritional and Health [15]	Quality Control Study NAT 7	Air Filter P and V
Jan, 2001	Institute of Nuclear Chemistry and Technology Warszawa-Poland [16]	Collaborative study.	Tea leaves, Mixed Polish herbs
Apr, 2002	IAEA-ARCAL RLA/80/31 [17]	Exercise of intercomparison laboratory	Water 110402 A Water 100402 A
May, 2002	IAEA-Swedish International Administration (NFA) T 1 [18]	Food Interlaboratory Test	Stimulated diet D Carrot purée
Jul, 2003	IAEA-AQCS [19]	Proficiency Test	Liquen PT
Oct 2003	Proyecto 11936 NFA T- 8 [20]	Proficiency Test	Powder mussel
Jan, 2004	ARCAL LXXVI [21, 22]	Intercomparación	Material hidrobiológico Agua
Mar, 2004	Proyecto 11936 NFA T- 9 [23]	Proficiency Test	Harina Graham Huevo en polvo Liquen
Dec, 2004	ARCAL LX [24]	Proficiency Test	Material botánico
Nov, 2004	Proyecto 11936 NFA T-10 [25]	Proficiency Test	Simulated diet
Set, 2005	Proyecto 11936 NFA T- 11[26]	Proficiency Test	Jugo de fruta enlatada
Set 2006	IAEA_MEL 158 Marine Environmental Laboratory [27]	Intercomparison Exercise	Sediment
Nov, 2006	CRP F.2.30.23 arqueología IAEA / AL / 168 [28]	Proficiency Test	Ancient Chinese ceramic
May, 2007	ARCAL RLA1/10 [29]	Ensayo de Aptitud	Agua y Sedimento
May, 2008	ARCAL RLA1/10 [30]	Ensayo de Aptitud	Agua y Sedimento

El 95 % de los resultados obtenidos de todos los ensayos de aptitud en donde se ha participado ha pasado el Z score como satisfactorio.

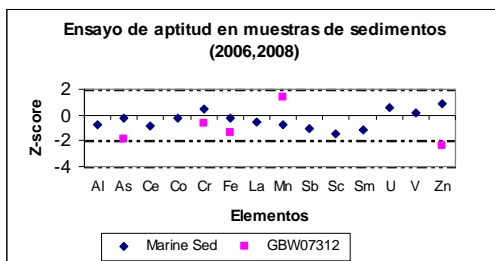


Figura 4. Resultados en la participación de ensayos de aptitud en 2 muestras de sedimento por AAN.

El gráfico nos muestra la evaluación de los resultados por medio del Z score de los diferentes elementos analizados durante los ensayos de aptitud.

Con los materiales de referencia certificados, soluciones estándar y fuentes de calibración donados por el OIEA se logró validar los métodos de ensayo [31], en muestras de biomonitores, agua, análisis radiométrico en alimentos, prueba de fuga y calibraciones para monitores [32], lo que nos permitió trabajar con eficiencia y eficacia emitiendo resultados trazables a patrones internacionales y ofrecer resultados confiables al país y a la región. Los principales beneficiarios han sido los usuarios: investigadores y la industria en general.

También los laboratorios porque cuentan con personal técnico capacitado para validar los métodos de ensayo con materiales de referencia certificados, fuentes de calibración para monitores. Asimismo, el laboratorio participa en ensayos de aptitud para demostrar su capacidad técnica y corregir errores. Del mismo modo, sus profesionales tienen una cultura de calidad y un estilo de trabajo, además son conscientes de la interpretación y entendimiento de las demandas que requiere mantener un sistema de gestión de la calidad garantizando su sostenibilidad. Igualmente, la participación de los laboratorios en estos proyectos trajo como consecuencia que se emitan resultados confiables aumentando la competitividad tanto regional como nacional. Finalmente, la institución cuenta con auditores líderes capacitados.

5. Agradecimientos

La autora como coordinadora de los proyectos en mención, agradece a todo el personal de los laboratorios participantes en

el proyecto por apoyar y colaborar para que se haya mantenido eficientemente el S.G.C. demostrando su competencia técnica. Así mismo agradece al OIEA por el soporte obtenido dentro del programa ARCAL en todo el proceso de implantación y sostenibilidad del S.G.C.

6. Bibliografía

- [1] International Standard Organization (ISO). ISO 17025. General requirements for the competence or testing and calibration laboratories. Ginebra, Suiza; 2005.
- [2] Manual de la Calidad SERA/COAM 2ª Edición 2001. [Informe interno].
- [3] Manual de la Calidad INDE/QUIM 5ª Edición 2008. [Informe interno].
- [4] De Esparza ML. Desempeño de los laboratorios en base a la aceptabilidad de los resultados. Proyecto ARCAL RLA/0211 CEPIS Lima, Perú.
- [5] Bode P. Instrumental and organizational aspects of a neutron activation analysis laboratory Delft University of Technology. 1996. P. 154-163.
- [6] Montoya E, Mendoza P, Bedregal P, Ubillus M, Torres B, Cohen M. A new method for the simultaneous determination of the f and α reactor parameters. Proceeding of the 2nd Users Workshop. Slovenia; 2000.
- [7] Montoya E, Cohen M, Mendoza P, Torres B, Bedregal P. The correction by non Ideality of Epithermal neutron spectra and the restitution of simplicity in the parametric neutron activation analysis method. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 1999; 240(2):475-479.
- [8] Mendoza P, Bedregal P, Torres B, Ubillus M. Determinación del efecto suma por coincidencia en detector HPGe de alta eficiencia relativa. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2006. Lima: Perú; 2007. p. 3-5.
- [9] EURACHEM/CITAC. Guide quantifying uncertainty in analytical measurements 2nd Edition; 2000.
- [10] López E, Osorio J, González S, Martínez J. Participación en ensayos de aptitud interlaboratorios para el aseguramiento de la calidad de los resultados de análisis radiométrico de muestras ambientales y de alimentos. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe

- Científico Tecnológico 2002. Lima: Perú; 2003. p. 233-236.
- [11] IAEA. Final Report of the proficiency test for XRF laboratories. Laboratory Seibersdorf PTXRT-IAEA, May 2002.
- [12] International Standard Organization (ISO) ISO/IEC 43. Organización y aplicación de ensayos de aptitud de los laboratorios. 1ª Edición; 1984.
- [13] Cortes E, Gras N. Informe del ensayo de aptitud ARCAL XXVI RLA/4013. Comisión Chilena de Energía Nuclear CCHEN; Junio 2000.
- [14] Natural Resources Canada. Certificate of analysis CCU-1c. Cooper Concentrate Certified Reference Material. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://www.nrcan-rncan.gc.ca/mms-smm/tect-tech/ccrmp/cer-cer/ccu-1c-eng.pdf> March 2007
- [15] Bleise A, Smodis B. Quality control study NAT 7 for the determination of trace and minor elements in dust artificially loaded on air filters. En: International Atomic Energy Agency. Section of Nutritional and Health-Related Environmental Studies. NAHRES-68. Viena: Austria; 2002-
- [16] Institute of Nuclear Chemistry and Technology Warszawa. Preparation and certification of the polish reference material mixed polish herbs (INCT-MPH-2) for inorganic trace analysis. Raport IchTJ. Warszawa, Poland.
- [17] Martín S, Cornejo S, Villalobos J, *et al.* Informe ejercicio de análisis químico del Centro de Estudios Nucleares Lo Aguirre. Comisión Chilena de Energía Nuclear. Santiago de Chile: Chile; 2002.
- [18] Swedish National Food Administration. IAEA-CRP Interlaboratory test for Trace Elements in Foods Simulated diet D carrot purée. January 2003.
- [19] IAEA-Analytical Quality Control Service (AQCS). Proficiency Test on Trace elements in Lichen IAEA 338, IAEA-AQCS. September 2004.
- [20] Swedish National Food Administration. IAEA-CRP Interlaboratory test for Trace Elements in Foods Mussel Powder August 2003.
- [21] Cortés E. Informe del ensayo de aptitud ARCAL LX-03 RLA/7/010 Comisión Chilena de Energía Nuclear CCHEN Octubre 2004.
- [22] OIEA. Desempeño de los laboratorios en base aceptabilidad de los resultados. Proyecto ARCAL RLA/8031 y RLA/2021 Julio 2004.
- [23] Swedish National Food Administration. IAEA-CRP Interlaboratory test for Trace Elements in Foods Graham flour. March 2004.
- [24] Cortés E, Gras N. Informe del ensayo de aptitud ARCAL LXXVI RLA/4/013 Comisión Chilena de Energía Nuclear CCHEN. Marzo 2005.
- [25] Swedish National Food Administration. IAEA-CRP Interlaboratory test for Trace Elements in Foods Simulated diet. November 2004.
- [26] Swedish National Food Administration. IAEA-CRP Interlaboratory test for Trace Elements in Foods Canned fruit. January 2005
- [27] Campbell M. Research Scientist Marine Environmental Studies Laboratory [Carta de Abril 2007]
- [28] IAEA. CRP Project F.2.30.23 Report on the IAEA-Cu-2006-06 Proficiency Test on the Determination of Major, Minor and Trace Elements in ancient Chinese Ceramic. Seibersdorf, November 2006.
- [29] OIEA. ARCAL RLA1/10 Informe del Primer Ensayo de Aptitud regional en sedimento y agua. CCHEN, Mayo 2008.
- [30] OIEA. ARCAL RLA1/10 Informe del Segundo Ensayo de Aptitud regional en sedimento y agua. CCHEN, Mayo 2009.
- [31] Bedregal P, Torres B, Ubillus M, *et al.* Robustness in NAA evaluated by the Youden and Steiner test. Journal of Radioanalytical and Nuclear chemistry. 278(3):
- [32] Benavente T, Rojas E. Calibración dosimétrica de monitores de neutrones en protección radiológica. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2003. Lima: Perú; 2004. p. 123.