



**Universidad de San Carlos de Guatemala**  
**Facultad de Ingeniería**  
**Escuela de Ingeniería Química**

**VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS  
EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD, DE UNA  
PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS.**

**Nildred Jeanneth Montufar Pérez**

**2002-17482**

**INGENIERA QUÍMICA**

**Asesorada por la Inga. Lorena Victoria Pineda Cabrera**

**Asesorada por el Ing. Jorge Mario Estrada Asturias**

**Guatemala, mayo de 2009**



**Universidad de San Carlos de Guatemala**  
**Facultad de Ingeniería**  
**Escuela de Ingeniería Química**

**VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS  
EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD, DE UNA  
PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS.**

**Nildred Jeanneth Montufar Pérez**

**Asesorada por la Inga. Lorena Victoria Pineda Cabrera**

**Asesorada por el Ing. Jorge Mario Estrada Asturias**

**Guatemala, mayo de 2009**

**UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA**



**FACULTAD DE INGENIERÍA**

**VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS  
EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD, DE UNA  
PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS.**

**INFORME DE EJERCICIO PROFESIONAL SUPERVISADO DE  
GRADUACIÓN (EPS FINAL)**

**PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA  
FACULTAD DE INGENIERÍA**

**POR**

**NILDRED JEANNETH MONTUFAR PÉREZ  
ASESORADA POR LA INGA. LORENA VICTORIA PINEDA CABRERA.  
ASESORADA POR EL ING. JORGE MARIO ESTRADA ASTURIAS**

**AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE  
INGENIERA QUÍMICA**

**GUATEMALA, MAYO DE 2009**

**UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA**



**NÓMINA DE LA JUNTA DIRECTIVA**

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	Inga. Glenda Patricia García Soria
VOCAL II	Inga. Alba Maritza Guerrero de López
VOCAL III	Ing. Miguel Ángel Dávila Calderón
VOCAL IV	Br. José Milton De León Bran
VOCAL V	Br. Isaac Sultán Mejía
SECRETARIA	Inga. Marcia Ivónne Véliz Vargas

**TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXÁMEN GENERAL PRIVADO**

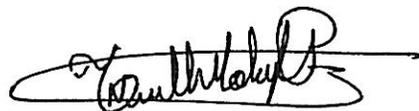
DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
EXAMINADOR	Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía
EXAMINADORA	Inga. Lorena Victoria Pineda Cabrera
EXAMINADOR	Dr. Adolfo Narciso Gramajo Antonio
SECRETARIA	Inga. Marcia Ivónne Véliz Vargas

**HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR**

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS  
EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD, DE UNA  
PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS,**

tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, el 21 de febrero de 2008.



**Nildred Jeanneth Montufar Pérez**



Guatemala, 17 de noviembre de 2008.  
Ref.EPS.D.1041.11.08.

Inga. Norma Ileana Sarmiento Zeceña de Serrano  
Directora Unidad de EPS  
Facultad de Ingeniería  
Presente

Estimada Ingeniera Sarmiento Zeceña.

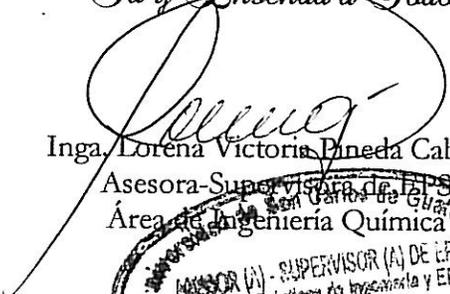
Por este medio atentamente le informo que como Asesora-Supervisora de la Práctica del Ejercicio Profesional Supervisado (E.P.S.), de la estudiante universitaria **NILDRED JEANNETH MONTUFAR PÉREZ** de la Carrera de Ingeniería Química, con carné No. **200217482**, procedí a revisar el informe final, cuyo título es **“VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD, DE UNA PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS”**.

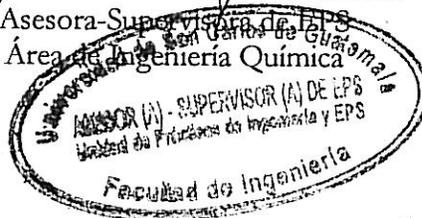
En tal virtud, **LO DOY POR APROBADO**, solicitándole darle el trámite respectivo.

Sin otro particular, me es grato suscribirme.

Atentamente,

*“Id y Enseñad a Todos”*

  
Inga. Lorena Victoria Pineda Cabrera  
Asesora-Supervisora de EPS  
Área de Ingeniería Química



c.c. Archivo  
LVPC/ra



Guatemala, 13 de marzo de 2009.

Ingeniero  
**WILLIAMS GUILLERMO ÁLVARES MEJÍA**  
**DIRECTOR DE ESCUELA**  
**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**  
Presente.

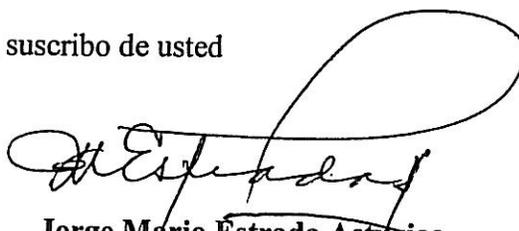
Respetable Señor Director:

Me dirijo a usted en relación al oficio **Ref. EIQ-054-2009** mediante el cual recibí formal nombramiento como revisor del informe final de Ejercicio Profesional Supervisado (EPS) de la estudiante **NILDRED JEANNETH MONTUFAR PÉREZ**, carné No. **2002-17482**, titulado “**VALIDACIÓN DE MÉTODOS QUÍMICOS-ANALÍTICOS UTILIZADOS EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD EN LA PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS DEL CENTRO PRODUCTIVO MIXCO DE INDUSTRIAS LICOR ES DE GUATEMALA**”.

Siendo que los aspectos metodológicos tanto de forma como de fondo, especificados para sus mejoras han sido cubiertos de manera satisfactoria por la estudiante Montufar, y asimismo el título de trabajo final ha sido modificado por el de: “**VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD, DE UNA PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS**”, y por así ajustarse en mejor manera al perfil del egresado de nuestra escuela, tengo el agrado de notificar a usted la **no objeción** del suscrito a efecto de que se apruebe el documento con los cambios sugeridos y se autorice la continuación de los trámites subsiguientes.

Sin más por el momento, suscribo de usted

Deferente,



**Jorge Mario Estrada Asturias**  
**Ingeniero Químico, colegiado 685**  
**Profesor Titular I**  
**REVISOR**



Guatemala, 17 de noviembre de 2008.  
Ref.EPS.D.1041.11.08.

Ing. Williams G. Alvarez Mejía  
Director Escuela de Ingeniería Química  
Facultad de Ingeniería  
Presente

Estimado Ingeniero Alvarez Mejía.

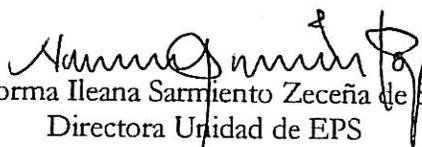
Por este medio atentamente le envío el informe final correspondiente a la práctica del Ejercicio Profesional Supervisado, (E.P.S) titulado **"VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD, DE UNA PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS"** que fue desarrollado por la estudiante universitaria **NILDRED JEANNETH MONTUFAR PÉREZ**, quien fue debidamente asesorada y supervisada por la **Ingeniera Lorena Victoria Pineda Cabrera**.

Por lo que habiendo cumplido con los objetivos y requisitos de ley del referido trabajo y existiendo la aprobación del mismo por parte de la Asesora -Supervisora de EPS, en mi calidad de Directora apruebo su contenido solicitándole darle el trámite respectivo.

Sin otro particular, me es grato suscribirme.

Atentamente,

*"Id y Enseñad a Todos"*

  
Inga. Norma Ileana Sarmiento Zeceña de Serrano  
Directora Unidad de EPS

NISZ/ra





UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

---

Guatemala, 16 de ABRIL de 2009  
Ref. EI.Q.138.2009

Ingeniero  
**Williams Guillermo Álvarez Mejía**  
DIRECTOR  
Escuela de Ingeniería Química  
Facultad de Ingeniería  
Presente.

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el Acta EPSFG-017-09-B-IF le informo que reunidos los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del informe final del trabajo de graduación, para optar al título de INGENIERA QUÍMICA a la estudiante universitaria **NILDRED JEANNETH MONTUFAR PÉREZ**, identificada con carné No. **2002-17482**, titulado: **"VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE UNA PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS"** el cual ha sido asesorado por el Ingeniero Químico Jorge Mario Estrada Asturias, como consta en el Acta.

Habiendo encontrado el referido informe final **satisfactorio**, se procede a recomendarle autorice a la estudiante **Montufar Pérez** proceder con los trámites requeridos de acuerdo a normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

Inga. **Zereza Lisely de León Arana, M.Sc.**

COORDINADORA  
Tribunal que revisó el informe final  
Del trabajo de graduación



ESCUELA DE  
INGENIERIA QUIMICA

C.c.: archivo



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

---

Guatemala, 21 de febrero del 2008  
Ref. EI.Q.054.2008

Ingeniera  
**Norma Ileana Sarmiento Zeceña**  
Directora  
Unidad de EPS  
Presente.

Estimada Ingeniera Sarmiento:

Atentamente me dirijo a usted para responder a su oficio Ref. EPS.P.IQ.13.10.07 de fecha 28 de septiembre del 2007, mediante el cual se le comunica al Director de la Escuela de Ingeniería Química del envío para dictamen y aprobación del anteproyecto de práctica de EPS final titulado **"VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD, DE UNA PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS."** presentado por la estudiante universitaria NILDRED JEANNETH MONTUFAR PÉREZ quien se identifica con el carné 2002-17482 de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Al respecto, me permito informarle que después de haber finalizado la revisión del referido anteproyecto de práctica de EPS final en la **modalidad de "práctica empresarial"**, siguiendo procedimientos internos, ésta Escuela de Ingeniería Química ha procedido a **aprobarlo**.

Agradeciendo la atención a la presente, le saluda respetuosamente,

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

  
Ing. Williams G. Alvarez Mejía, M.Sc.  
Director  
Escuela de Ingeniería Química



C.c.: archivo



El Director de la Escuela de Ingeniería Química Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía, M.Sc. Después de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el informe del Ejercicio Profesional Supervisado (EPS Final) de la estudiante **Nildred Jeanneth Montufar Pérez** titulado: **“VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD, DE UNA PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS”**, procede a la autorización del mismo, ya que reúne rigor, coherencia y calidad requeridos.

  
Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía M.Sc.  
DIRECTOR ESCUELA INGENIERÍA QUÍMICA



Guatemala, mayo de 2,009

Universidad de San Carlos  
de Guatemala



Facultad de Ingeniería  
Decanato

Ref. DTG.117.09

El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **VALIDACIÓN DE CINCO MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD, DE UNA PLANTA DE ENVASADO DE RONES AÑEJOS**, presentado por la estudiante universitaria **Nildred Jeanneth Montúfar Pérez**, procede a la autorización para la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.

A large, handwritten signature in black ink, appearing to be 'Murphy Olimpo Paiz Recinos', written over a horizontal line.

Ing. Murphy Olimpo Paiz Recinos  
DECANO

Guatemala, mayo de 2009



/cc

## **AGRADECIMIENTOS A**

**DIOS:** Supremo creador que me dio el entendimiento para que hoy pueda cumplir uno de mis más grandes sueños.

**MIS PADRES:** Francisco Montúfar y María Alicia Pérez de Montufar, por el apoyo incondicional que siempre me han brindado y por las palabras de aliento cuando más lo he necesitado. LOS AMO, VIEJITOS LINDOS.

**MIS HERMANOS:** Mynor, Mayra, Glendy, Evelin y Marina, por su apoyo incondicional.

**MIS SOBRINOS:** Que mi logro les demuestre que únicamente con el esfuerzo y la dedicación se puede lograr lo que deseamos.

**MI CUÑADA Y CUÑADOS:** Por el apoyo brindado.

# ÍNDICE GENERAL

<b>ÍNDICE DE ILUSTRACIONES</b>	V
<b>LISTA DE SÍMBOLOS</b>	VII
<b>GLOSARIO</b>	IX
<b>RESUMEN</b>	XI
<b>OBJETIVOS</b>	XIII
<b>INTRODUCCIÓN</b>	XV
<b>1. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA</b>	1
<b>2. JUSTIFICACIÓN</b>	3
<b>3. MARCO TEÓRICO</b>	
3.1 Calidad	5
3.2 Análisis de laboratorio	5
3.3 Validación de métodos	6
3.4 Clasificación según la categoría del método	7
3.4.1 Métodos normalizados	7
3.4.2 Métodos modificados	7
3.4.3 Métodos internos	7
3.5 Objetivos según la categoría del método	8
3.5.1 Métodos normalizados	8
3.5.2 Métodos modificados	8
3.5.3 Métodos internos	8

3.6	Técnicas que se pueden utilizar para la validación del método	8
3.7	Parámetros a validar atendiendo a la categoría del método	9
3.7.1	Métodos normalizados	9
3.7.2	Métodos modificados	9
3.7.3	Métodos internos	9
3.8	Distintos parámetros que se pueden validar	9
3.8.1	Especificidad	9
3.8.2	Selectividad	10
3.8.3	Intervalo de trabajo	11
3.8.4	Repetibilidad	12
3.8.5	Precisión intermedia	12
3.8.6	Reproducibilidad	12
3.8.7	Exactitud	13
3.8.8	Límite de detección	13
3.8.9	Límite de cuantificación	14
3.8.10	Recuperación	14
3.8.11	Robustez	15
3.8.12	Incertidumbre	15
3.9	Pasos del procedimiento de validación	16
3.9.1	Establecimiento de las condiciones a cumplir	16
3.9.2	Determinación de los parámetros estadísticos	16
3.9.3	Valoración de los resultados de la validación	16
3.10	Análisis estadístico	17

#### **4. DISEÑO METODOLÓGICO**

4.1	Variables	19
4.2	Delimitación del campo de estudio	19
4.3	Recursos humanos disponibles	19
4.4	Recursos materiales disponibles	20

4.5 Recursos financieros disponibles	20
4.6 Técnicas cualitativas y cuantitativas	20
4.7 Recolección y ordenamiento de la información	21
4.8 Análisis estadístico	23
<b>5. RESULTADOS</b>	<b>33</b>
<b>6. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS</b>	
6.1 Determinación de color	37
6.2 Destilación de productos	37
6.3 Determinación de grado alcohólico	38
6.4 Calibración de balanza	38
6.5 Determinación de torque de apertura	38
<b>7. LOGROS ALCANZADOS</b>	<b>41</b>
<b>CONCLUSIONES</b>	<b>43</b>
<b>RECOMENDACIONES</b>	<b>45</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>47</b>
<b>APÉNDICES</b>	<b>49</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>55</b>



# ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

## TABLAS

I.	Mediciones de la determinación de color	24
II.	Mediciones del equipo de destilación denominado con número 1	25
III.	Mediciones del equipo de destilación denominado con número 2	25
IV.	Mediciones del equipo de destilación denominado con número 3	25
V.	Mediciones para la determinación del grado alcohólico	26
VI.	Mediciones para la calibración de la balanza	26
VII.	Mediciones para la determinación torque de apertura	27
VIII.	Nivel de probabilidad a 95% con base en observaciones	30
IX.	Resultados para la determinación de color	33
X.	Resultados del equipo de destilación denominado con número 1	33
XI.	Resultados del equipo de destilación denominado con número 2	34
XII.	Resultados del equipo de destilación denominado con número 3	34
XIII.	Resultados para la determinación del grado alcohólico	34
XIV.	Resultados para la calibración de la balanza	35
XV.	Resultados para la determinación de torque de apertura	35
XVI.	Tabla resumen de exacto y preciso	35



## LISTA DE SÍMBOLOS

$X_1, \dots, X_n$	Valor observado
$\bar{X}$	Media
S	Desviación estándar
e	Error absoluto
E	Error relativo
$X_t$	Dato teórico
$X_o$	Dato observado
n	Número de datos
S	Desviación estándar
$\sqrt{\quad}$	Raíz cuadrada
$\Sigma$	Sumatoria
$  $	Valor absoluto
$\sigma$	Varianza
$\mu$	Intervalo de confianza de la media
t	Valor teórico de la t de student



## GLOSARIO

<b>Eficacia</b>	Capacidad de lograr el efecto que se desea o se espera.
<b>Eficiencia</b>	Capacidad de disponer de alguien o de algo para conseguir un efecto determinado.
<b>Estándares</b>	Que sirve como tipo de modelo, norma, patrón o referencia.
<b>Idéntica</b>	Tiene las mismas condiciones de ensayo.
<b>Intervalo de confianza</b>	Probabilidad de que la media de una población, esté dentro de cierta región en el promedio experimental de las mediciones.
<b>Parámetros</b>	Variable que, en una familia de elementos, sirve para identificar cada uno de ellos mediante su valor numérico.
<b>Recabar</b>	Almacenar información necesaria para luego procesarla, entenderla, estudiarla, etc.
<b>Réplica</b>	Copia de un procedimiento que reproduce con iguales condiciones.



## RESUMEN

El presente informe contiene la información teórica necesaria para validar la exactitud y precisión de métodos analíticos, utilizados para garantizar la calidad de los productos, en una empresa dedicada al envasado de rones añejos.

De igual manera, se describe la forma en la que se llevó a cabo la inducción al laboratorio y los cinco métodos que se iban a validar, posteriormente, se enumeran los métodos que fueron objeto de estudio para después, conforme al método, darle lugar a la implementación de las réplicas para cada uno y enumerar los resultados obtenidos.

Posteriormente, se enumeran y detallan las ecuaciones que fueron utilizadas para obtener los valores de los parámetros a validar y el análisis estadístico al que fue sujeto cada método, para lo cual, se incluye paso a paso los cálculos para el método, determinación de color y posteriormente, se incluyen las tablas con los resultados para los métodos restantes.

Posteriormente, se da a conocer la metodología que se utilizó para dar a conocer los resultados de la validación a las personas involucradas dentro de la empresa.



## **OBJETIVOS**

### **GENERAL**

- Validar cinco métodos analíticos de control de calidad por medio de la determinación de la exactitud y la precisión a través del cálculo de error absoluto, error relativo, desviación y varianza.

### **ESPECÍFICOS:**

1. Determinar la exactitud y precisión del método para la medición de color.
2. Determinar la exactitud y precisión del método para la destilación.
3. Determinar la exactitud y precisión del método para la medición de grado alcohólico.
4. Determinar la exactitud y precisión del método para la calibración de la balanza.
5. Determinar la exactitud y precisión del método para la determinación de torque de apertura del producto.



## INTRODUCCIÓN

En la elaboración de cualquier tipo de producto se debe utilizar una serie de procedimientos o métodos que garanticen su calidad y que aseguren que poseen la formulación adecuada. Los métodos más utilizados en cualquier tipo de industria son de tipo analítico (que son utilizados para dar a conocer resultados cualitativos, es decir, cualidades) y métodos cuantitativos (que dan a conocer cantidades), así como los métodos químicos (que dan a conocer fórmulas) y físico/químicos (que dan a conocer propiedades).

El Centro Productivo Mixco, cuenta con un Laboratorio de Control de Calidad, donde se llevan a cabo los análisis químico-analíticos necesarios para garantizar la calidad de los diversos productos que ahí se analizan. Para esto se utilizan diversos métodos cualitativos y cuantitativos que arrojan datos considerados como fidedignos, los cuales se presentan en un manual de procedimientos analíticos, pero que no tienen la documentación que compruebe la validez de la exactitud y precisión de los métodos que se están utilizando.

Industrias Licoreras de Guatemala, está sometida a un Sistema de Gestión de Calidad, requerido para poder optar a ser acreditada ISO 9001:2000, dicha acreditación es importante a nivel mundial y nacional ya que da a la empresa el respaldo de estar trabajando bajo una gestión de calidad estricta que asegura y garantiza la calidad de los productos, este sistema exige la evaluación de sus departamentos para analizar qué tanta eficiencia y eficacia presenta cada uno de sus departamento y la forma que se pueden mejorar.

Para lograr dichos objetivos, el Laboratorio de Control de Calidad desea evaluar y/o validar los métodos que están utilizando para los análisis de color,

destilación, grado alcohólico, calibración de balanza y toque de apertura de los productos que se fabrican. Se identificó una oportunidad de unificación de varias empresas en un Centro Productivo y posteriormente se observan discrepancias entre los métodos establecidos en el manual de laboratorio y los métodos que se están poniendo en práctica, es por dicha razón que surge la necesidad de validar los métodos.

## **1. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA**

La industria de Ronces Añejos en Guatemala posee poca diversidad de inversionistas, lo que se debe a los estrictos controles y al tiempo de añejamiento que se requiere para la elaboración de los productos; el tiempo de añejamiento está normado a nivel nacional por la Ley de Bebidas Alcohólicas y Fermentadas de Guatemala, con el Tratado de Libre Comercio firmado entre Guatemala y Estados Unidos se considera que el mercado de importación y exportación se abre tanto para las industrias guatemaltecas como para estadounidenses.

Además, la Industria Licorera debe cumplir diversos requisitos legales para cada producto. Tanto para los controles de calidad como para los requisitos legales nacionales e internacionales, la empresa requiere recursos humanos, económicos, tecnológicos y de tiempo que son de carácter necesario para introducir al mercado productos que satisfacen los gustos del consumidor más exigente.

La fabricación y envasado de Ronces Añejos que se lleva a cabo en el Centro Productivo Mixco de Industrias Licoreras de Guatemala, es de gran diversidad ya que se cuenta con cinco líneas de producción, cada una con características especiales y necesarias para los productos que ahí se envasan. Aún y cuando se habla de diversidad de productos se puede mencionar que existen características similares en cada línea de producción como capacidad y clase de licor.

El Centro Productivo Mixco cuenta con un laboratorio de control de Calidad donde se llevan a cabo los análisis químico-analíticos necesarios para garantizar la calidad de los diversos productos que ahí se fabrican. Para ello se utilizan diversos métodos cualitativos y cuantitativos que arrojan datos considerados como fidedignos pero que no tienen la documentación necesaria para comprobar la validez de dichos resultados, dicha documentación es solicitada a nivel nacional por la Norma Guatemalteca Obligatoria (Coguanor).

El problema se presenta cuando la empresa desea obtener la certificación ISO 9001-2000 ya que para la obtención de dicha certificación es indispensable que los métodos utilizados para el control de calidad de los productos fabricados tengan la validación correspondiente; además que dicha validación esté actualizada para que de esta manera se garantice al consumidor final la obtención de productos de alta calidad.

## 2. JUSTIFICACIÓN

La razón por la que se debe de validar los métodos químicos, analíticos y fisicoquímicos utilizados en el laboratorio de control de calidad es para asegurar que los productos que se fabrican han sido sometidos a un estricto control de calidad con métodos confiables y seguros, dando a la empresa la seguridad de estar elaborando productos de la mas alta calidad, cumpliendo con requisitos de las leyes nacionales y mundiales.

La aplicación de procedimientos adecuados de control de calidad da a la empresa el respaldo necesario para competir con productos de la más alta categoría a nivel nacional e internacional, lo que se verá más enfatizado con el Tratado de Libre Comercio que se firmó entre Guatemala y Estados Unidos ya que se espera expansión del mercados, que debe ser aprovechada para atraer clientes y que estos estén satisfechos con la calidad del producto que están adquiriendo.

La falta de calidad en alguna de las propiedades o características de los productos, significa pérdida de clientes que son quienes deciden la fidelidad hacia un producto o marca específica y que al final son quienes deciden de manera directa el consumo del producto final.



## **3. MARCO TEÓRICO**

### **3.1 Calidad**

Conjunto de propiedades de un producto, sistema o servicio, que lo hacen adecuado para su uso es decir la calidad lleva implícito lograr la satisfacción de las necesidades del cliente más exigente. “Es un estado siempre cambiante que debe mantenerse en forma continua mediante un programa de mejora continua”<sup>2</sup> es decir que encierra el conjunto de características de un producto, sistema y/o servicio, que lo hacen adecuado para su uso y tiene como objetivo lograr la satisfacción de las necesidades del cliente más exigente.

Alcanzar la calidad interna y externa, de una entidad, un proceso, un producto o servicio, comprende la existencia de una Política de Calidad, a través de un documento denominado Manual de Calidad, que debe ser aprobado por el máximo órgano de discusión. Esta política, llevada a la práctica, se traduce en elementos de Gestión y Sistemas de Calidad, que se materializan en la denominada “Garantía de Calidad”, la que se encamina a asegurar la calidad planificada.

### **3.2 Análisis de laboratorio**

La finalidad de cualquier empresa consiste en elaborar productos confiables desde el punto de vista sanitario, con buena presentación, que agraden a los consumidores y a precios adecuados. De esta forma se garantiza la permanencia en el mercado, se optimizan las condiciones de competencia y se facilita el aumento en las ventas.

Para lograr estos objetivos es imprescindible que cada empresa cuente con un lugar específico con condiciones adecuadas (que no este al aire libre, que se amplio, que posea equipo de medición, equipamiento básico y que este ventilado e iluminado) para poner en marcha un sistema de control de la calidad.

El sistema de control de calidad debe ponerse en práctica de forma que, dentro de una metodología de trabajo claramente establecida y siguiendo un procedimiento adecuado y ordenado, se inspeccione cuidadosa y diariamente las condiciones ambientales, de la materia prima, de productos en procesos y de productos terminados para determinar cualquier variación que tengan estos con estándares de producción establecidos o predeterminados.

### **3.3 Validación de métodos**

El término validación de métodos como su nombre lo indica es comprobar que el método utilizado cumple con una serie de parámetros que serán establecidos según a la categoría del método, es decir, la confirmación por examen y la provisión de evidencias objetivas de que los requisitos particulares para uso específico provisto son cumplidos.

El laboratorio debe registrar los resultados obtenidos, el procedimiento usado para la validación y declaración acerca de si el método se ajusta para el uso previsto,<sup>1</sup> es decir, la validación de métodos significa comprobar que el método que se está utilizando cumple con una serie de parámetros que serán establecidos, según la categoría del método.

Proceso para establecer las características de funcionamiento y limitaciones del método y la identificación de influencias que pueden cambiar estas características y hasta que punto, cuando el método se desarrolla sin un problema particular previsto.

Validación según la norma COGUANOR NGR/CONPANT/ISO/IEC 17025-200, es la confirmación por examen y la provisión de evidencias objetivas de que los requisitos particulares para uso específico provisto son cumplidos. El laboratorio debe registrar los resultados obtenidos, el procedimiento usado para la validación y declaración acerca de si el método se ajusta para el uso previsto.

### **3. 4. Clasificación según la categoría del método<sup>4</sup>:**

**3.4.1 Métodos normalizados:** se trata de un método de ensayo y normalizado, que se aplica exactamente como está descrito en la norma.

**3.4.2 Métodos modificados:** se trata de una modificación a un método de ensayo normalizado, por ejemplo, se hicieron modificaciones a los métodos descriptivos en la norma que pueden tener una repercusión sobre la calidad de los resultados.

**3.4.3 Métodos internos:** elaborado en el laboratorio y que no se encuentra en normas u otras colecciones de métodos.

### **3.5 Objetivos según la categoría del método:**

**3.5.1 Métodos normalizados:** comprobación de que el laboratorio domina el ensayo y lo utiliza correctamente.

**3.5.2 Métodos modificados** comprobación de que la repetibilidad, la reproducibilidad, la precisión intermedio y la exactitud del método original no depende de la modificación introducida y que el laboratorio domina el ensayo y lo utiliza correctamente.

**3.5.3 Métodos internos:** comprobación de que el método tiene la repetibilidad, reproducibilidad, precisión y la exactitud suficiente para el objetivo de aplicación y que el laboratorio domina el ensayo y lo realiza correctamente.

### **3.6 Técnicas que se pueden utilizar para la validación del método:**

- a) Calibración usando patrones de referencia o materiales de referencia.
- b) Comparación de resultados alcanzados con otros métodos.
- c) Comparaciones interlaboratorios.
- d) Evaluación sistemática de los factores que influyen en el resultado.
- e) Evaluación de la incertidumbre de los resultados basada sobre la comprensión científica de los principios teóricos del método y la experiencia práctica.

### **3.7 Parámetros a validar atendiendo a la categoría del método:**

**3.7.1 Métodos normalizados:** parámetros establecidos según la norma específica, pero generalmente se pueden mencionar: incertidumbre, repetibilidad, exactitud, límite de detección, estos parámetros se verificarán cuando apliquen al método.

**3.7.2 Métodos modificados:** parámetros establecidos según la norma específica: incertidumbre, repetibilidad, exactitud, límite de detección, además se debe de verificar: Intervalo de trabajo o linealidad, tipo de ajuste, recuperación, robustez, especificidad, estabilidad, reproducibilidad estos parámetros se verificarán cuando apliquen al método en estudio.

**3.7.3 Métodos internos:** para este tipo de ensayos no se tienen indicaciones concretas para validar el procedimiento por lo tanto se deben aplicar tantos parámetros como sean necesarios para realizar la validación entre estos parámetros se pueden mencionar: Especificidad, selectividad, linealidad o intervalo de trabajo, repetibilidad, precisión intermedia, reproducibilidad, exactitud, límite de detección, límite de cuantificación, recuperación, robustez, e incertidumbre de los resultados.

### **3.8 Distintos parámetros que se deben validar.**

#### **3.8.1 Especificidad:**

Sugiere que ningún compuesto excepto el analito contribuye al resultado del ensayo, este generalmente se logra en técnicas

acopladas (generación de hidruros-absorción atómica) para validar este método existen varias posibilidades.

- a) Se agrega al componente que interfiere en cantidades sucesivas y se evalúa su influencia.
- b) Se prueba un estándar certificado de la matriz con cantidades conocidas del analito. Si se encuentra el valor correcto, el procedimiento es específico.
- c) En el caso de separaciones cromatográficas puede probarse la pureza del pico por métodos espectroscópicos (espectrometría de masas, infrarroja o ultravioleta-visible).
- d) Puede modificarse el sistema de separación (fase móvil y/o fase estacionaria) en el caso de cromatografía.

### **3.8.2 Selectividad:**

Indicación de cuan fuerte un resultado es afectado por otros componentes de la muestra, es decir la capacidad de evaluar simultánea o separadamente, los analitos de interés de forma equivocada sin interferencias de impurezas, productos de degradación, compuestos relacionados, excipientes u otras sustancias presentes en la matriz de la muestra.

### 3.8.3 Intervalo de trabajo o linealidad:

El ámbito de trabajo de un método analítico es el intervalo entre los niveles más bajo y más alto de concentraciones que ha sido demostrado que puede ser determinados con la precisión y exactitud requeridas para una determinada matriz.

- a) Se prepara un blanco y seis concentraciones diferentes del analito a determinar o seis muestras a varias concentraciones. Preferiblemente las soluciones se deben preparar independientemente u no a partir de diluciones sucesivas del material de referencia.
- b) Se representa la señal obtenida en función de la concentración y se determina el ámbito lineal y los extremos superior e inferior del intervalo de trabajo.
- c) Se repiten los pasos del inciso a y b dentro del ámbito lineal y se efectúa un estudio estadístico de los resultados obtenidos.
- d) Es preferible trabajar dentro del ámbito lineal.
- e) Para la curva de calibración es conveniente utilizar polinomios de ajuste de grado 2 como máximo.
- f) El ámbito lineal se verifica mediante la obtención de coeficiente de correlación mayor a 0.995.

#### **3.8.4 Repetibilidad:**

Puede determinarse de manera interna y es necesario tener en cuenta que:

- a) Deben determinarse suficientes resultados (recomendación  $n \geq 10$ )
- b) Todos los pasos del método (incluidas la toma y preparación de la muestra, así como la calibración) debe realizarse n-veces.

Este parámetro proporciona a menor variabilidad que puede haber entre los resultados ya que los ensayos se obtienen en intervalos cortos de tiempo sin variar ninguna condición.

#### **3.8.5 Precisión intermedia:**

Cuando se varían uno o más factores entre cada uno de los ensayos, es decir que para cada ensayo se varía alguna de las condiciones pero nunca dos al mismo tiempo porque sino no se ve la influencia de la variación.

#### **3.8.6 Reproducibilidad:**

Su determinación es posible por ensayo de intercomparación o cuando se cuenta con distintos analistas, equipos, etc. Se grafica concentración hallada en función de la concentración de referencia posteriormente se

efectúa tratamiento estadístico de los datos, determinando la pendiente que será la recuperación promedio y el coeficiente de correlación.

Este parámetro proporciona la mayor variabilidad de los resultados ya que se obtiene cuando se varían todos los posibles factores que pueden afectar el resultado del ensayo o método.

### **3.8.7 Exactitud:**

Para evaluar este parámetro se realiza el análisis de un material de referencia certificado, preferentemente con una matriz semejante a la de la muestra. Sólo en el caso de no existir un material adecuado se puede realizar un ensayo de recuperación.

Es recomendable de ser posible, realizar un mínimo de 10 repeticiones del ensayo tres días consecutivos. Se compara el promedio de los valores obtenidos con el valor de referencia certificado, teniendo en cuenta la incertidumbre asociada a ese material.

### **3.8.8 Límite de detección:**

Este parámetro es necesario solamente cuando deben tomarse decisiones cualitativas, es decir si el analito está presente o no. Los procedimientos que se pueden aplicar:

- a) Tres veces la dispersión, expresada como desviación estándar, a partir de mediciones repetidas del blanco (válido solamente para procedimientos con blanco), o de soluciones de analito en agua pura.

- b) 2.5 a 5 veces la relación señal/ruido del instrumento de medida a utilizar.

### **3.8.9 Límite de cuantificación:**

Se emplea cuando se realizan determinaciones de analitos a nivel de trazas se puede encontrar por medio de dos maneras.

- a) De manera análoga al límite de detección, en el cual el límite de cuantificación es como mínimo tres veces el límite de detección, según cada caso.
- b) Por determinación de una incertidumbre de los resultados máxima permisible por medio de la determinación de la concentración más pequeña que se puede medir con este valor máximo. Este límite de cuantificación es, por lo tanto dependiente de las exigencias d la incertidumbre.

### **3.8.10 Recuperación:**

El porcentaje de recuperación es el cociente entre la cantidad de analito mediad y el contenido de la muestra. En el caso de idealidad se obtiene el 100%. En mediciones puede perderse analito especialmente en el caso de tratamientos complejos de muestras con analitos en cantidades traza, dando lugar a porcentajes de recuperación menores. Este parámetro es de suma importancia en el cado de procedimientos cromatográficos).

### **3.8.11 Robustez:**

El objetivo de la prueba de robustez es optimizar el método analítico y describir que bajo las condiciones establecidas (incluyendo las tolerancias) se puede obtener resultados suficientemente exactos con una alta seguridad, de manera que el procedimiento funcione confiablemente si se utiliza en otros laboratorios o después de intervalos largos de tiempo.

Un método es más robusto entre menos depende de los resultados del ensayo de una modificación en las condiciones de éste. Entre las condiciones que más afectan el método de medición:

- Lugar de medición (laboratorio)
- Personal
- Aparatos
- Reactivos, disolventes, estándares.
- Gradiente de temperatura

Las modificaciones pequeñas a estas condiciones deben afectar muy poco a nada al resultado de análisis, para determinar la robustez pueden modificarse algunas o varias condiciones del análisis.

### **3.8.12 Incertidumbre:**

Es un parámetro de identificación central e inalienable para preparar una acreditación según la norma ISO 17025. Incluye errores

sistemáticos y aleatorios. Para su determinación u especificación existen varias posibilidades entre las que se pueden mencionar:

- a) Indicación acerca de la repetibilidad.
- b) Resultados de las cartas de control.
- c) Resultado de intercomparaciones.
- d) Evaluación por miembros del personal experimentados, competentes y por lo tanto autorizados.

### **3.9 Pasos del procedimiento de validación**

**3.9.1 Establecimiento de las condiciones a cumplir:** esto se refiere a lo que el cliente solicita o establece o bien al resultado que se espera de poner en práctica del procedimiento.

**3.9.2 Determinación de los parámetros estadísticos del procedimiento:** estos son los parámetros que mas se aseguren la obtención de datos fidedignos como respuesta a los resultados.

**3.9.3 Valoración de los resultados de la validación:** es decir el informe que se debe de registrar después de validar los parámetros estadísticos seleccionados.

### **3.10 Análisis estadístico**

Para el análisis estadístico de los datos obtenidos para validar la exactitud, precisión y linealidad del método se realizara el estudio de la T de Student así como la prueba de significancia entre los resultados.



## 4. DISEÑO METODOLÓGICO

### 4.1 Variables:

Entre los parámetros que se pueden validar atendiendo a la categoría del método se pueden mencionar:

- 1) Selectividad
- 2) Intervalo de trabajo o linealidad
- 3) Repetibilidad
- 4) Precisión
- 5) Reproducibilidad
- 6) Exactitud
- 7) Recuperación
- 8) Robustez

### 4.2 Delimitación del campo de estudio:

De los parámetros mencionados anteriormente, se analizarán y validarán únicamente: la **Exactitud** (Por medio del cálculo del error absoluto y del error relativo) y la **Precisión** (Por medio de la desviación estándar y la varianza), debido a que se está hablando de métodos internos del laboratorio.

### 4.3 Recursos humanos disponibles:

- Director de la Unidad de EPS: Inga. Norma Ileana Sarmiento Zeceña
- Director de la Escuela de Ingeniería Química: Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía

- Asesor-Supervisor-Docente: Ing. Renato Giovanni Ponciano Sandoval.
- Asesor del estudiante en la empresa fuente de la práctica: Ing. Edwin Nájera.
- Epesista: Maestra Nildred Jeanneth Montufar Pérez.
- Analistas del laboratorio
- Personal en general dentro de la empresa.

#### **4.4 Recursos materiales disponibles:**

- Equipos utilizados en cada uno de los métodos. (Estufas, densímetro, Torquímetro)
- Cristalería en general. (probetas, balones, pipetas, jeringas).
- Soluciones necesarias. (alcohol, agua, licores).
- De oficina. (Computadora, Impresora, Hojas, Cuadernos, Lapiceros)

#### **4.5 Recursos financieros disponibles**

La duración del EPS fue de seis meses considerando el trabajo de recurso humano (Epesista, Asesor-Supervisor docente, Asesor técnico, director de EPS), de oficina (impresiones, computadora, lapiceros), otros (reactivos y soluciones) se estima que el costo del proyecto es aproximado a Q.36,150.00, durante el período total.

#### **4.6 Técnicas cualitativas y cuantitativas**

Los métodos que se validaron comprenden las ambas categorías, es decir, algunos dan características de cualitativas (cualidades como color, olor, apariencia) y otro de cuantitativas (cantidades, valores numéricos).

#### 4.7 Recolección y ordenamiento de la información

Se recabó información acerca de cómo realizar validaciones de métodos dentro de la empresa, esto con la ayuda del personal de la empresa y del asesor docente además de revisiones bibliográficas.

De igual manera se obtuvo información de los métodos que se utilizan y para qué se utilizan, esta información se recolectó con apoyo de profesionales en la materia y conocedores del tema dentro de la empresa, así como de los analistas de calidad quienes son los que los llevan a cabo, además de llevar a cabo revisiones bibliográficas.

Después de haberse recabado y sintetizado todo lo concerniente a la validación, se propuso los posibles parámetros de validación de los diferentes métodos y luego de examinarlos en conjunto con el jefe de laboratorio, se determinó que sugerencias eran las adecuadas y cuáles aplican para la validación de los métodos, dicha información se presentó en la sección de marco referencial y mas específicamente se detalla a continuación los parámetros que se validaron:

**Exactitud:** indica la proximidad de una medida a un valor aceptado como verdadero y se expresa en términos de error absoluto y de error relativo y se calcula con las siguientes ecuaciones.

##### **Error absoluto**

$$e = |X_t - X_o| \quad (1)$$

Donde:

e = Error absoluto

Xt = Dato teórico

Xo= Dato observado

### **Error relativo**

**(2)**

$$E = |X_t - X_o| / X_t$$

Donde:

E = Error relativo

Xt = Dato teórico

Xo = Dato observado

**Precisión intermedia:** cuando se varían uno o más factores entre cada uno de los ensayos, es decir, que para cada ensayo se varia alguna de las condiciones, pero nunca dos al mismo tiempo porque sino, no se ve la influencia de la variación, se calcula mediante las ecuaciones.

### **Desviación estándar:**

**(3)**

$$S = \sqrt{\left[ \sum_{i=1}^{i=n} |\bar{X}_i - X|^2 \right] / (n-1)}$$

Donde:

S = Desviación estándar

√ = Raíz cuadrada

Σ = Sumatoria

| | = Valor absoluto

Xi = Valor de cada observación

$\bar{X}$  = Valor de la media

N = Número de observaciones

## VARIANZA

(4)

$$\sigma = S^2$$

Donde:

$\sigma$  = varianza

S = desviación estándar

### 4.8 Análisis estadístico

Para el análisis estadístico de los datos obtenidos para validar la exactitud y precisión de los métodos a evaluar se realizará el estudio de la distribución T de Student o la distribución-t. Dicha distribución surge, en la mayoría de los estudios estadísticos prácticos, cuando la desviación típica de una población se desconoce y debe ser estimada a partir de los datos de una muestra.

“La distribución de probabilidad surge del problema de estimar la media de una población normalmente distribuida cuando el tamaño de la muestra es pequeño.”<sup>3</sup> Ésta es la base del popular test de la t de Student para la construcción del intervalo de confianza del método.

Para llevar a cabo la validación, primero se observó la manera en que los analistas de calidad realizaban los métodos, para luego poner en práctica cada método con condiciones de operación iguales, es decir, la solución del mismo lote, el mismo analista, la misma cristalería, etc., para que estas condiciones no afectaran los resultados.

Después de adquirir los conocimientos generales acerca de la ubicación física de los instrumentos de laboratorio y de los métodos descritos en el

manual de laboratorio; se realizó un estudio detallado del procedimiento que se está aplicando y posteriormente se realizará una lista de los puntos críticos del procedimiento, para determinar que pasos está cumpliendo y que pasos se omiten en la puesta en marcha del método. Posteriormente, se realizó el procedimiento de validación para recabar los datos necesarios y determinar la exactitud y precisión como parámetros de validación seleccionados.

Los métodos validados se utilizan para:

1. Determinación de color
2. Destilación de productos
3. Determinación de grado alcohólico
4. Calibración de balanza
5. Determinación torque de apertura.

El procedimiento aplicado consistió en poner en práctica el procedimiento descrito cinco veces consecutivas y anotar los resultados provenientes de cada puesta en marcha de los procedimientos.

Tabla I. Para la determinación de color se obtuvieron las siguientes mediciones

Réplica	Dato obtenido
1	665
2	665
3	665
4	667
5	664

Para la destilación de productos se obtuvieron las siguientes mediciones:

Tabla II. Equipo de destilación denominado con número 1

Réplica	Dato obtenido
1	39.70
2	39.65
3	39.83
4	39.68
5	39.70

Tabla III. Equipo de destilación denominado con número 2

Réplica	Dato obtenido
1	39.35
2	39.55
3	39.51
4	39.45
5	39.50

Tabla IV. Equipo de destilación denominado con número 3

Réplica	Dato obtenido
1	39.83
2	39.50
3	39.89
4	39.80
5	39.85

Tabla V. Para la determinación del grado alcohólico se obtuvieron las siguientes mediciones

Réplica	Dato obtenido
1	30.76
2	30.53
3	30.94
4	31.22
5	31.02

Tabla VI. Para la calibración de la balanza se obtuvieron las siguientes mediciones

Réplica	Dato obtenido
1	0.2004
2	0.2005
3	0.2004
4	0.2004
5	0.2004

Tabla VII. Para la determinación torque de apertura del producto se obtuvieron las siguientes mediciones:

Réplica	Dato obtenido
1	9
2	10
3	9
4	9
5	9

Para evaluar la exactitud del método se utilizó el error absoluto y el error relativo mediante las ecuaciones:

**Error absoluto**

$$e = |X_t - X_o| \quad (1)$$

Donde:

e = Error absoluto

X<sub>t</sub> = Dato teórico

X<sub>o</sub> = Dato observado

$$E_a = |665.2 - 665| = 0.2$$

**Error relativo**

(2)

$$E = |X_t - X_o| / X_t$$

Donde:

E = Error relativo

X<sub>t</sub> = Dato teórico

X<sub>o</sub> = Dato observado

$$Er = |665.2 - 665| / (665.2) = 0.0003$$

**Media**

**(3)**

$$\bar{X} = (X_1 + X_2 + X_3 + X_4 + X_5) / n$$

Donde:

$\bar{X}$  = Valor de la media

$X_n$  = Valor observado

n = Número de datos

$$\bar{X} = (665 + 665 + 665 + 667 + 664) / 5 = 665.2$$

Para evaluar la precisión del método se utilizó desviación estándar y la varianza mediante las ecuaciones

**Desviación estándar:**

**(4)**

$$S = \sqrt{\left[ \sum_{i=1}^{i=n} |X_i - \bar{X}|^2 \right] / (n-1)}$$

Donde:

S = desviación estándar

$\sqrt{\quad}$  = raíz cuadrada

$\Sigma$  = Sumatoria

$| \quad |$  = Valor absoluto

$X_i$  = Valor de cada observación

$\bar{X}$  = Valor de la media

N = Número de observaciones

$$S = \sqrt{(\Sigma (0.04 + 0.04 + 0.04 + 3.24 + 1.44)) / (5-1)} = 1.095$$

## VARIANZA

(5)

$$\sigma = S^2$$

Donde:

$\sigma$  = varianza

S = desviación estándar

$$\sigma = 1.095^2 = 1.2 \text{ unidades}$$

## Análisis estadístico de los resultados

Para el análisis estadístico de los resultados se utiliza la distribución de la t de student para determinar cual es el intervalo de confianza de los resultados, para lo que se utilizó la ecuación:

$$\mu = \bar{x} \pm t*s/\sqrt{n} \quad (6)$$

Donde:

$\mu$  = Intervalo de confianza de la media

$\bar{X}$  = Valor de la media

t = Valor de la t de student

s = Desviación estándar

$\sqrt{\quad}$  = Raíz cuadrada

n = Número de datos

Con un nivel de probabilidad de 95% y número de observaciones de 5, se encuentra el valor de t con la ayuda de la tabla VIII.

Tabla VIII. Nivel de probabilidad a 95% en base al numero de observaciones

Número de observaciones	Nivel de probabilidad 95%
2	12.706
3	4.303
4	3.182
5	2.776
6	2.571
7	2.447
8	2.365
9	2.306
10	2.262
11	2.228
21	2.086
∞	1.960

Como ya se tienen todos valores se sustituyen en la ecuación 6 dando como resultados:

$$\mu = 665.2 \pm 2.776 * 1.0954451 / \sqrt{5} = 663.84, 666.56$$

Ya con el resultado, se concluye que el intervalo de confianza para la determinación de color está dado por los límites 663.84 al 666.56, es decir, que se considera que la mayoría de las futuras medias efectuadas, caerían dentro del intervalo seleccionado.

**NOTA:**

**Los cálculos anteriores se realizaron con los datos obtenidos del método determinación de color, las mismas ecuaciones se utilizaron para los cálculos, de los todos los métodos validados y sus respectivas tablas se muestran a continuación.**



## 5. PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Los resultados numéricos obtenidos para cada parámetro necesario para determinar la validación de los métodos se presentan en las tablas posteriores:

Tabla IX. Resultados obtenidos para la determinación de color:

Réplica	Dato obtenido	Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
		Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	665	0.2	0.00030	1.09544	1.2	665.2	666.5599567
2	665	0.2	0.00030				663.8400433
3	665	0.2	0.00030				
4	667	1.8	0.00271				
5	664	1.2	0.00180				

Tabla X. Resultados obtenidos del equipo de destilación denominado con número uno:

Equipo 1		Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
Réplica	Dato obtenido	Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	39.70000	0.04733	0.00119	0.06907	0.00477	39.65267	39.73841
2	39.65000	0.00267	0.00007				39.56692
3	39.83000	0.17733	0.00447				
4	39.68000	0.02733	0.00069				
5	39.70000	0.04733	0.00119				

Tabla XI. Resultados obtenidos del equipo de destilación denominado con número dos:

Equipo 2		Exactitud		Precisión		Estadísticamente	
Réplica	Dato obtenido	Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza	Media	Intervalo de confianza
1	39.35000	0.30267	0.00763	0.07694	0.00592	39.65267	39.74819
2	39.55000	0.10267	0.00259				39.55715
3	39.51000	0.14267	0.00360				
4	39.45000	0.20267	0.00511				
5	39.50000	0.15267	0.00385				

Tabla XII. Resultados obtenidos del equipo de destilación denominado con número tres:

Equipo 3		Exactitud		Precisión		Estadísticamente	
Réplica	Dato obtenido	Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza	Media	Intervalo de confianza
1	39.83000	0.17733	0.00447	0.15662	0.02453	39.65267	39.84711
2	39.50000	0.15267	0.00385				39.45823
3	39.89000	0.23733	0.00599				
4	39.80000	0.14733	0.00372				
5	39.85000	0.19733	0.00498				

Tabla XIII. Resultados obtenidos para la determinación de grado Alcohólico:

		Exactitud		Precisión		Estadísticamente	
Réplica	Dato obtenido	Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza	Media	Intervalo de confianza
1	27.68	0.024	0.000867	0.048270074	0.00233	27.656	27.7159256
2	27.69	0.034	0.001229				27.5960744
3	27.62	0.036	0.001301				
4	27.59	0.066	0.002386				
5	27.7	0.044	0.001590				

Tabla XIV. Resultados obtenidos para la calibración de balanza:

Réplica	Dato obtenido	Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
		Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	0.2004	2E-05	9.970E-05	4.4721E-05	2E-09	0.20042	0.20047552
2	0.2005	8E-05	0.0003162				0.20036448
3	0.2004	2E-05	9.979E-05				
4	0.2004	2E-05	9.979E-05				
5	0.2004	2E-05	9.979E-05				

Tabla XV. Resultados obtenidos para la determinación de torque de apertura:

Réplica	Dato obtenido	Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
		Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	9	0.2	0.02174	0.447214	0.2	9.2	9.7552
2	10	0.8	0.08696				8.6448
3	9	0.2	0.02174				
4	9	0.2	0.02174				
5	9	0.2	0.02174				

Tabla XVI. Tabla resumen de la determinación si el método es exacto y preciso:

<b>Método</b>	<b>Exacto</b>	<b>Preciso</b>
Determinación de Color	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>
Destilación de productos	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>
Determinación de grado alcohólico	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>
Calibración de balanza	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>
Determinación de Torque de apertura	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>



## **6. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS**

### **6.1 Determinación de color**

Este método dio a conocer, como resultados de exactitud (error absoluto y de error relativo) valores bastante pequeños y cercanos al valor de la media que es el valor considerado como verdadero, pero no así para los valores de desviación estándar y varianza que miden la precisión, por lo que se considera que el método es exacto, pero no preciso en comparación con los demás métodos analizados.

### **6.2 Destilación de productos**

Este proceso se realizó por medio de tres equipos con que cuenta el laboratorio para el mismo fin, dando como resultado, el equipo uno muestra valores de exactitud (error relativo y error absoluto) y precisión más pequeños respecto a los demás equipos, por lo que se concluye que el equipo uno (1) es más exacto y preciso que los equipos dos (2) y tres (3).

El equipo tres (3) presenta valores de exactitud más pequeños que el equipo dos (2), por lo que se considera que es el equipo más exacto entre ellos; pero no así para la precisión, ya que el equipo dos (2) presenta una precisión mayor; por lo que se considera que el equipo dos (2) es más preciso que el equipo tres (3).

### **6.3 Determinación de grado alcohólico**

Después del análisis estadístico de los resultados, todos los valores obtenidos se encuentran dentro del intervalo establecido y si además se analizan los resultados de la exactitud y la precisión se puede considerar al método como uno de los métodos más exactos y precisos con los que cuenta el laboratorio.

### **6.4 Calibración de balanza**

Al analizar los resultados, tanto de estadística como de exactitud y precisión, se puede observar que las medidas de exactitud y precisión son lo bastante cercanas a cero, que se podrían referir a que el equipo tiene una capacidad de lectura de cinco decimales, lo que lleva a una lectura con precisión y exactitud muy acertadas y se puede considerar que éste es otro de los métodos más exactos y precisos con los que cuenta el laboratorio.

### **6.5 Determinación de torque**

Los resultados del método dan a conocer que el valor se frecuenta en cuatro de las réplicas, por lo que se considera al método bastante exacto y preciso, lo que se confirma con los cálculos de las medidas de exactitud y precisión, ya que los valores obtenidos se encuentran dentro del intervalo de confianza encontrado para el método.

Alcanzar la calidad interna y externa, de un proceso, producto y/o servicio, comprende la existencia de una Política de Calidad, manifestada en un documento denominado Manual de Calidad. Esta política, llevada a la práctica, se traduce en elementos de Gestión y Sistemas de Calidad, que se plasman en la denominada “Garantía de Calidad”, enfocada a asegurar la calidad planificada.



## **7. LOGROS ALCANZADOS**

- ✓ Determinar, como las condiciones bajo las que se realice el método pueden afectar a los resultados.
- ✓ Comprender la importancia, de mantener la información actualizada.
- ✓ Establecer la influencia que tiene los métodos debidamente validados para la calidad del producto y prestigio de la empresa.



## CONCLUSIONES

1. Para el método de medición de color:

Se obtuvo error absoluto y relativo cercano a cero, por lo que se concluye que el método es exacto.

Se obtuvo desviación estándar y varianza dentro del límite aceptado para la precisión, por lo que se concluye que el método es preciso.

2. Para el método de destilación de productos:

Se obtuvo error absoluto y relativo cercano a cero, por lo que se concluye que el método es exacto.

Se obtuvo desviación estándar y varianza dentro del límite aceptado para la precisión, por lo que se concluye que el método es preciso.

3. Para el método de determinación de grado alcohólico:

Se obtuvo error absoluto y relativo cercano a cero, por lo que se concluye que el método es exacto.

Se obtuvo desviación estándar y varianza dentro del límite aceptado para la precisión, por lo que se concluye que el método es preciso.

4. Para el método de calibración de balanza:

Se obtuvo error absoluto y relativo cercano a cero, por lo que se concluye que el método es exacto.

Se obtuvo desviación estándar y varianza dentro del límite aceptado para la precisión, por lo que se concluye que el método es preciso.

5. Para el método torque de apertura de producto:

Se obtuvo error absoluto y relativo cercano a cero, por lo que se concluye que el método es exacto.

Se obtuvo desviación estándar y varianza dentro del límite aceptado para la precisión, por lo que se concluye que el método es preciso.

6. Los cinco métodos analíticos analizados en cuanto a precisión y exactitud quedan debidamente validados

## RECOMENDACIONES

1. Para la determinación de color es necesario llevar a cabo el método, tal y como está descrito en el manual del laboratorio para obtener datos exactos y precisos.
2. Para la destilación de los productos se recomienda usar el equipo de destilación identificado con el número uno, ya que a la hora de realizar la validación dio a conocer que es el equipo más preciso y exacto en comparación de los otros dos equipos, utilizados para el mismo fin.
3. Para la determinación del grado alcohólico es necesario siempre utilizar el método descrito en el manual de laboratorio, ya que de esa manera se tiene valores exactos y precisos.
4. Para la calibración de balanza es necesario utilizar el método descrito en el laboratorio para obtener lecturas exactas y precisas.
5. Para la determinación de torque de apertura es necesario utilizar el método descrito en el manual, ya que de esa manera se obtienen valores de torque de apertura exactos y precisos.



## BIBLIOGRAFÍA

### REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. COGUANOR NGR/COPANT/ISO/IEC/ 17025-2000. Norma Guatemalteca Recomendada “Requisitos Generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”, impresa en Venezuela en 1995 por la Secretaria Ejecutiva de COPANT.
2. Niebel & Freivalds. “Ingeniería Industrial”. Editorial Alfaomega, traducción por Marcia Gonzáles Osuma, Revisión técnica María de Lourdes Arellano Bolio, 11a. edición, Segunda reimpresión México 2004. (Pág. 664-666).
3. R.A.Day.Jr. A.L. UnderWood. “Química Analítica Cuantitativa”. 5a. edición, Editorial Hispanoamericana, S.A., México 1989.

### REFERENCIAS ELECTRÓNICAS

4. Organismo Argentino de Validación, “Validación de métodos”, disponible en línea.  
<http://www.oaa.org.ar/evaluadores/Dc-LE-Os>. (09 de julio de 2007).

5. Secretaría de Integración Económica Centroamericana, “Reglamento de validación” disponible en línea.  
[http://www.sieca.prg.gt/marco\\_legal/resoluciones/comieco/anex\\_188](http://www.sieca.prg.gt/marco_legal/resoluciones/comieco/anex_188) (09 de julio de 2007).

## APÉNDICES

### DOCUMENTO DE APOYO

**Exactitud:** indica la proximidad de una medida a un valor aceptado como verdadero y se expresa en términos de error absoluto y de error relativo se calcula mediante las siguientes ecuaciones.

#### **Error absoluto**

$$e = |X_t - X_o| \quad (1)$$

Donde:

e = Error absoluto

X<sub>t</sub> = Dato teórico

X<sub>o</sub> = Dato observado

Ejemplo:

$$E_a = |665.2 - 665| = 0.2$$

#### **Error relativo**

(2)

$$E = |X_t - X_o| / X_t$$

Donde:

E = Error relativo

X<sub>t</sub> = Dato teórico

X<sub>o</sub> = Dato observado

Ejemplo:

$$E_r = |665.2 - 665| / (665.2) = 0.0003$$

**Precisión:** concordancia entre los valores numéricos de dos a más mediciones que se han obtenido de idéntica forma y se calcula mediante las ecuaciones.

**Desviación estándar:** (3)

$$S = \sqrt{\left[ \sum_{i=1}^{i=n} |X_i - \bar{X}|^2 \right] / (n-1)}$$

Donde:

S = Desviación estándar

$\sqrt{\quad}$  = Raíz cuadrada

$\Sigma$  = Sumatoria

$| \quad |$  = Valor absoluto

$X_i$  = Valor de cada observación

$\bar{X}$  = Valor de la media

N = Número de observaciones

Ejemplo:

$$S = \sqrt{(\Sigma (0.04 + 0.04 + 0.04 + 3.24 + 1.44))/(5-1)} = 1.095$$

**VARIANZA** (4)

$$\sigma = S^2$$

Donde:

$\sigma$  = varianza

S = desviación estándar

Ejemplo:

$$\sigma = 1.095^2 = 1.2$$

**Intervalo de confianza:** indica que al hacer nuevas réplicas del método bajo la mismas condiciones se esperaría que la mayoría de los resultados abarquen la media de la población.

$$\mu = \bar{x} \pm t^*s/\sqrt{n} \quad (5)$$

Donde:

$\mu$  = Intervalo de confianza de la media

$\bar{X}$  = Valor de la media

t = Valor de la t de student

s = Desviación estándar

$\sqrt{\quad}$  = Raíz cuadrada

n = Número de datos

Con un nivel de probabilidad de 95% y número de observaciones de cinco, se encuentra el valor de t con la ayuda de la tabla siguiente:

Número de observaciones	Nivel de probabilidad 95%
2	12.706
3	4.303
4	3.182
5	2.776
6	2.571
7	2.447
8	2.365
9	2.306
10	2.262

Como ya se tienen todos los valores se sustituyen en la ecuación seis dando como resultado:

Ejemplo:

$$\mu = 665.2 \pm 2.776 * 1.0954451 / \sqrt{5} = 663.84, 666.56$$

### Determinación de color

Réplica	Dato obtenido	Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
		Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	665	0.2	0.00030	1.09544	1.2	665.2	666.5599567
2	665	0.2	0.00030				663.8400433
3	665	0.2	0.00030				
4	667	1.8	0.00271				
5	664	1.2	0.00180				

### Destilación de productos

Equipo denominado con numero uno

Réplica	Dato obtenido	Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
		Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	39.70000	0.04733	0.00119	0.06907	0.00477	39.65267	39.73841
2	39.65000	0.00267	0.00007				39.56692
3	39.83000	0.17733	0.00447				
4	39.68000	0.02733	0.00069				
5	39.70000	0.04733	0.00119				

Equipo denominado con numero dos

Réplica	Dato obtenido	Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
		Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	39.35000	0.30267	0.00763	0.07694	0.00592	39.65267	39.74819
2	39.55000	0.10267	0.00259				39.55715
3	39.51000	0.14267	0.00360				
4	39.45000	0.20267	0.00511				
5	39.50000	0.15267	0.00385				

Equipo denominado con numero tres

Réplica	Dato obtenido	Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
		Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	39.83000	0.17733	0.00447	0.15662	0.02453	39.65267	39.84711
2	39.50000	0.15267	0.00385				39.45823
3	39.89000	0.23733	0.00599				
4	39.80000	0.14733	0.00372				
5	39.85000	0.19733	0.00498				

### Determinación de grado alcohólico

Répica	Dato obtenido	Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
		Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	27.68	0.024	0.000867	0.048270074	0.00233	27.656	27.7159256
2	27.69	0.034	0.001229				27.5960744
3	27.62	0.036	0.001301				
4	27.59	0.066	0.002386				
5	27.7	0.044	0.001590				

### Calibración de balanza

Répica	Dato obtenido	Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
		Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	0.2004	2E-05	9.970E-05	4.4721E-05	2E-09	0.20042	0.20047552
2	0.2005	8E-05	0.0003162				0.20036448
3	0.2004	2E-05	9.979E-05				
4	0.2004	2E-05	9.979E-05				
5	0.2004	2E-05	9.979E-05				

### Determinación de torque de apertura

Répica	Dato obtenido	Exactitud		Precisión		Media	Estadísticamente
		Error absoluto	Error relativo	Desviación	Varianza		Intervalo de confianza
1	9	0.2	0.02174	0.447214	0.2	9.2	9.7552
2	10	0.8	0.08696				8.6448
3	9	0.2	0.02174				
4	9	0.2	0.02174				
5	9	0.2	0.02174				

