



Universidad Nacional (UNA)
Instituto Regional de Estudios en Sustancias Tóxicas (IRET)

Sistematización de experiencias de la Actividad Académico “Validación del método de cuantificación de mercurio en una matriz ambiental bajo el Sistema de Gestión de Calidad de los laboratorios del IRET como parte del Sello UNA

M.Sc. Adriana Esquivel Hernández
M.Sc. Andrea Corrales Vargas

2025

Tabla de contenido

Resumen.....	3
Introducción.....	3
Descripción de la experiencia.....	5
Análisis.....	6
Conclusiones y Recomendaciones	10

Resumen

En este documento se presenta la sistematización de experiencias obtenidas en la realización de la actividad académica.

La propuesta generada se enmarcó en el Plan Estratégico de la Facultad de Tierra y Mar con la meta 1.9 que consistía en realizar el proceso para la obtención del Sello UNA en los laboratorios, y el POA 2023 con la meta 1.1.6. para implementar procesos de acreditación, reacreditación, autoevaluación y certificación guiados al aseguramiento de la calidad, considerando esquemas internos y externos del IRET, por lo que se propuso lograr la validación del método de cuantificación de mercurio en una matriz ambiental, para la mejora continua bajo el sistema de gestión de calidad (SGC) del laboratorio como parte del Sello UNA.

En el desarrollo de la actividad, por solicitud de la Vicerrectoría de Investigación, el enfoque Sello UNA se transformó en ISO 17025:2017 y con ello todo el cambio que implicó pasar de cumplir con ciertos parámetros de la ISO 17025:2017 que contemplaba el Sello UNA, a cubrir todo lo que la norma ISO solicita para acreditación de los laboratorios.

Introducción

El Laboratorio de Análisis de Residuos de Plaguicidas (LAREP) se caracteriza por la implementación de diferentes ensayos químicos en diferentes matrices ambientales. El LAREP utiliza buenas prácticas de laboratorio que permiten asegurar la confiabilidad de sus resultados para ser utilizados en investigaciones científicas, toma de decisiones a nivel de gobierno, para mejorar la calidad de vida de las comunidades humanas y ecosistemas con las que se trabaja. Es por ello que implementar un SGC dentro del laboratorio es importante para generar una mejora continua y mantener los estándares de calidad que lo caracteriza, además de crear competitividad con respecto a otros laboratorios tanto a nivel nacional como internacional.

Dentro de los ensayos realizados en el LAREP se encuentra la cuantificación de mercurio en muestras ambientales. El mercurio (Hg) es un metal pesado que puede encontrarse en todos los compartimentos ambientales, en organismos, cosechas y el ser humano. Las fuentes de emisiones pueden darse de forma natural o por fuentes antropogénicas.

Su toxicidad, biodisponibilidad y movilidad en el ambiente dependen de su estado de oxidación y forma química. Puede encontrarse de forma inorgánica en tres estados de oxidación y de forma orgánica cuando ocurre la metilación del mismo, en el caso del mercurio orgánico se ha encontrado que entre más cortas sean las cadenas de alquilo, es más peligroso para la vida humana. Dependiendo de estos factores, la identificación y cuantificación de mercurio en las matrices puede llevarse a cabo utilizando diferentes técnicas analíticas, entre ellas: espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS), espectrometría de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-AES), espectrometría de absorción atómica con horno de grafito (GF-AAS) entre otras. Estas técnicas incluyen pretratamientos de las muestras, convirtiendo el Hg a Hg(II) a través de una digestión ácida, esto requiere de tiempo, uso de reactivos e implica mayores fuentes de error en el análisis.

El LAREP desde el año 2019, dispone de un analizador directo de mercurio, el cual no requiere de una preparación previa de la muestra, lo que se traduce en menos uso de reactivos, mayor cantidad de muestras analizadas, menos errores implicados, mayor eficiencia. Este equipo permite analizar muestras biológicas, suelos, sedimentos y lodos, plásticos, minerales, aguas residuales, muestras líquidas, entre otros.

Las muestras son sometidas a un tratamiento de descomposición térmica donde cualquier compuesto de mercurio contenido en ellas, es atomizado y luego concentrado en un tubo colector como una amalgama de oro, este tubo posteriormente es recalentado y el mercurio vaporizado es medido por espectrometría de absorción atómica a una longitud de onda de 253.7 nm.

Con el fin de mantener una mejora continua en estos ensayos, generar mayor competitividad con respecto a otros laboratorios y tener el reconocimiento de que los resultados emitidos son fiables, es que desde el 2022 se ha trabajado en la validación del método en la matriz de peces. Esta validación se trabajó bajo el marco del Sello UNA de la Vicerrectoría de Investigación y la intención es poner a disposición el análisis de mercurio para proyectos de investigación y venta de servicios, que requiera la cuantificación de este y seguir ampliando la validación del método en otras matrices ambientales.

Además, se buscó contribuir al mejoramiento en el proceso de enseñanza-aprendizaje de la Universidad Nacional, involucrando estudiantes que formen parte de las actividades de validación del ensayo, donde se pueda incluir tanto para prácticas, como tesis de graduación y a futuro también ser parte de cursos de pregrado y postgrado.

Descripción de la experiencia

Cuando se comenzó la actividad de validación se siguió el esquema interno de aseguramiento de la calidad de los laboratorios de ensayo y calibración denominado "Sello UNA Laboratorio", el cual es un SGC propuesto por la Universidad Nacional que busca cumplir ciertos parámetros de la ISO 17025:2017, la cual es una norma de gestión de calidad a nivel internacional y que el Ente Costarricense de Acreditación (ECA) acredita a los laboratorios cuando cumplen con dicha norma.

Para el año 2023 se trabajó bajo la modalidad de Sello UNA. Sin embargo, a inicios del año 2024 por disposiciones superiores se decidió acreditar el método bajo la norma ISO 17025:2017, la cual es más amplia que el Sello UNA. Por lo tanto, se tuvo que empezar a desarrollar documentos, protocolos, registros, etc. solicitados por la ISO17025:2017 que no solicitaba el Sello UNA.

Además, no solo fue la escritura y confección de los documentos (protocolos, procedimientos, políticas, registros), sino que también se tuvo que gestionar la revisión de los mismos por parte del personal de los laboratorios, así como la aprobación de los coordinadores de los laboratorios. La corrección de dichos documentos, la planificación de reuniones para poner en conocimiento al personal del laboratorio de dichos documentos desarrollados y poner en marcha el sistema de calidad que actualmente sigue en proceso. Este es un proceso de mejora continua, que al estar en una institución académica, son analizados de manera más crítica por parte del personal de laboratorio.

Por otra parte, la acreditación empezó para la matriz de peces. Sin embargo, se decidió también incluir la matriz de sedimento y se participó en tres pruebas de aptitud. Una para suelo en mayo del 2024, en la cual se obtuvo un resultado satisfactorio. Dos de peces, la cual una se llevó a cabo en junio del 2024 y otra en diciembre del 2024 con resultados cuestionable/ insatisfactorios, esto nos llevó a reflexionar en la etapa de preparación de la muestra, debido a que los peces que ingresan al laboratorio para ser analizados, se toman partes del tejido del mismo, mientras que en la prueba de aptitud la muestra viene desmenuzada con mucha cantidad de agua y cuando se realizaron los análisis solo se tomaba muestra del pescado y no del líquido ocasionando que la concentración reportada fuera mayor que lo indicado por los organizadores de la prueba de aptitud. Es por ello que para próximas pruebas se decidió que se debe homogenizar la muestra junto con el líquido que trae. Por ello para la acreditación con la norma ISO 17025:2017 se escogió la matriz de sedimento, la cual se tenían datos experimentales, pero la parte estadística no estaba tan adelantada como para la matriz de peces, por lo que se tuvo que realizar el análisis estadístico de la validación. El rango de trabajo que se había escogido

inicialmente tuvo que modificarse porque era muy amplio, por lo que se decidió trabajar con dos rangos de trabajo y realizar la validación para ambos rangos, esto implicó realizar cuatro planes de validación diferentes, cuatro análisis estadísticos diferentes, cuatro informes de validación. En la actividad como tal al final se decidió solo presentar lo que corresponde a la matriz de sedimento.

Análisis

A lo largo de los años en el IRET se ha hecho un intento por la acreditación del laboratorio con la norma ISO 17025:2017, por medio de la contratación de personal para desarrollar el SGC, sin embargo, a pesar de que se contaba con la documentación, no se implementó completamente. Este SGC no se actualizaba desde el año 2016 y para el año 2017 la ISO 17025 tuvo una actualización, en la cual ciertos parámetros cambiaron.

Es por este cambio, que se tuvo que actualizar o desarrollar documentos, registros, protocolos que cambiaron el enfoque que se tenía inicialmente. Además de esto, una de las principales críticas brindadas por el personal de los laboratorios, es la cantidad de documentos que debían llenar, lo que, en lugar de facilitar el trabajo de investigación, lo estaba dificultando. Por esta razón, se buscó actualizarse a un SGC donde se eliminen formularios que no aplicaban para el laboratorio y donde fue posible se unieron formularios o se buscó otras maneras de evidenciar el trabajo, que fuera más acorde a las buenas prácticas de los laboratorios del IRET (LAREP/ECOTOX)

A continuación, se presenta la lista de documentos trabajados durante la actividad.

Código del documento	Nombre del documento
UNA-IRET-MC-001	Manual de Calidad
UNA-IRET-POG-001	Código de ética
UNA-IRET-POG-002	Política de imparcialidad, confidencialidad, independencia e integridad
UNA-IRET-PG-001	Procedimiento para el control de documentos y registros
UNA-IRET-PG-002	Procedimiento elaboración matriz imparcialidad, confidencialidad, independencia e integridad
UNA-IRET-PG-003	Procedimiento de personal
UNA-IRET-PG-004	Auditorías internas
UNA-IRET-PG-005	Corrección y mejora del sistema de SGC
UNA-IRET-PG-006	Adquisición de bienes y servicios para los laboratorios

Código del documento	Nombre del documento
UNA-IRET-PG-007	Revisión de servicios, ofertas y contratos solicitados a los laboratorios del IRET
UNA-IRET-PG-008	Procedimiento de riesgos y oportunidades del SGC
UNA-IRET-DG-001	Organigrama Laboratorios IRET (LAREP/ECOTOX)
UNA-IRET-INL-001	Lineamientos de inducción los laboratorios del IRET
UNA-IRET-INL-002	Guía general para el uso de los laboratorios
UNA-IRET-PL-001	Programa de gestión integral de residuos de los laboratorios
UNA-IRET-PL-002	Uso analizador directo de mercurio Nippon MA 3000
UNA-IRET-PL-003	Uso balanza analítica Sartorius Secura 125 1S
UNA-IRET-PL-004	Uso bitácora preparación de disolución patrón
UNA-IRET-PL-005	Manipulación y mantenimiento del sistema de gases
UNA-IRET-PL-006	Plan de seguridad de los laboratorios del IRET
UNA-IRET-PL-007	Uso y mantenimiento de la autoclave
UNA-IRET-PL-008	Métodos de ensayo y validación del método
UNA-IRET-PL-009	Trazabilidad de las mediciones
UNA-IRET-PL-010	Equipos de laboratorio
UNA-IRET-PL-011	Muestreo de peces y sedimentos para análisis de mercurio
UNA-IRET-PL-012	Determinación de mercurio total en muestras de peces y pescado por medio CVAAS con un DMA.
UNA-IRET-PL-013	Determinación de mercurio total en muestras de sedimentos por medio CVAAS con un DMA.
UNA-IRET-PL-014	Uso de la bitácora de laboratorio
UNA-IRET-PL-015	Procedimiento limpieza de materiales de los laboratorios del IRET
UNA-IRET-PL-016	Procedimiento de limpieza y desinfección de laboratorio
UNA-IRET-PL-017	Procedimiento informe de resultados de ensayo
UNA-IRET-PL-018	Procedimiento para el aseguramiento de la validez de los resultados de ensayo
UNA-IRET-PL-019	Uso de micropipeta Accumax Fab
UNA-IRET-PL-020	Manipulación ítems de ensayo

Entre los registros actualizados o desarrollados se encuentran:

Código del documento	Nombre del documento
UNA-IRET-RG-001	Lista maestra de documentos
UNA-IRET-RG-002	Matriz de imparcialidad, confidencialidad, independencia e integridad
UNA-IRET-RG-003	Acuerdo de confidencialidad e imparcialidad para los funcionarios
UNA-IRET-RG-004	Acuerdo de confidencialidad e imparcialidad para los estudiantes asistentes
UNA-IRET-RG-005	Acuerdo de confidencialidad e imparcialidad para los estudiantes graduados y tesarios
UNA-IRET-RG-006	Alcance de ensayos LAREP
UNA-IRET-RG-007	Matriz de requisitos legales generales de Costa Rica para los Laboratorios del IRET (LAREP/ECOTOX)
UNA-IRET-RG-008	Matriz de autoridades para los Laboratorios del IRET (LAREP ECOTOX)
UNA-IRET-RG-009	Plan de capacitación
UNA-IRET-RG-010	Matriz de comunicación para los Laboratorios del IRET (LAREP ECOTOX)
UNA-IRET-RG-011	Planificación de los cambios
UNA-IRET-RG-012	Manual de puestos
UNA-IRET-RG-013	Matriz de competencia del personal
UNA-IRET-RG-014	Acuerdo de confidencialidad e imparcialidad para visitantes externos
CUNA-IRET-RG-015	Lista de asistencia de reuniones
UNA-IRET-RG-016	Comprobante de inducción de los laboratorios del IRET
UNA-IRET-RG-017	Encuesta satisfacción de los clientes
UNA-IRET-RG-018	Programa auditorías internas
UNA-IRET-RG-019	Plan auditoría interna
UNA-IRET-RG-020	Lista verificación norma 17025
UNA-IRET-RG-021	Informe de auditoría interna
UNA-IRET-RG-022	Registro de queja
UNA-IRET-RG-023	Control de acciones de corrección y mejora del SGC
UNA-IRET-RG-024	Registro de trabajo no conforme
UNA-IRET-RG-025	Registro de riesgos y oportunidades
UNA-IRET-RG-026	Registro de acciones correctivas
UNA-IRET-RG-027	Evaluación de proveedores

Código del documento	Nombre del documento
UNA-IRET-RG-028	Información del cliente
UNA-IRET-RL-001	Control de temperatura y humedad relativa en ambiente
UNA-IRET-RL-003	Conexión-desconexión de los cilindros
UNA-IRET-RL-004	Control de la presión de los gases
UNA-IRET-RL-005	Registro de calibración, verificación y mantenimiento de equipos
UNA-IRET-RL-006	Control de limpieza y desinfección de los laboratorios del IRET
UNA-IRET-RL-007	Seguimiento de calibración de equipos
UNA-IRET-RL-008	Registro hojas de campo
UNA-IRET-RL-009	Bitácora de laboratorio LAREP
UNA-IRET-RL-010	Bitácora de preparación de disolución patrón
UNA-IRET-RL-011	Registro mantenimiento equipo NIC MA 3000 analizador de mercurio
UNA-IRET-RL-012	Plan de validación métodos de ensayo
UNA-IRET-RL-013	Informe de validación o confirmación de métodos de ensayo
UNA-IRET-RL-014	Plantilla para muestras de agua con extracción en fase sólida para cromatografía de gases
UNA-IRET-RL-015	Plantilla para muestras de agua con extracción en fase sólida para cromatografía líquida
UNA-IRET-RL-016	Materiales de referencia
UNA-IRET-RL-017	Inventario de patrones
UNA-IRET-RL-018	Instrumentos de medición enviados a calibrar a un laboratorio externo
UNA-IRET-RL-019	Datos crudos mercurio (cuantificación)
UNA-IRET-RL-020	Registro de informe de resultados de ensayo
UNA-IRET-RL-021	Ingreso de muestras
UNA-IRET-RL-022	Validación del software
UNA-IRET-RL-023	Inventario de residuos del LAREP
UNA-IRET-RL-024	Registro gráfico control análisis de mercurio
UNA-IRET-RL-025	Registro verificación micropipetas
UNA-IRET-RL-026	Bitácora ECOTOX cultivos de laboratorio
UNA-IRET-RL-027	Bitácora ECOTOX algas
UNA-IRET-RL-028	Bitácora ECOTOX lemnas
UNA-IRET-RL-029	Bitácora ECOTOX pruebas de laboratorio
UNA-IRET-RL-030	Bitácora ECOTOX control del uso externo de agua Millo Ro y Milli Q
UNA-IRET-RL-031	Bitácora ECOTOX Control de préstamos de materiales/equipo

Código del documento	Nombre del documento
UNA-IRET-RL-032	Bitácora ECOTOX biomarcadores
UNA-IRET-RL-033	Bitácora ECOTOX biología molecular
UNA-IRET-RL-034	Bitácora ECOTOX cultivos celulares
UNA-IRET-RL-035	Bitácora de préstamos de equipos
UNA-IRET-RL-036	Bitácora ingreso de visitas al laboratorio
UNA-IRET-RL-037	Lista de chequeo del personal del laboratorio en el análisis de mercurio
UNA-IRET-RL-038	Datos masas para análisis de mercurio
UNA-IRET-RL-039	Verificación balanza analítica
UNA-IRET-RL-040	Identificación taxonómica peces para mercurio

Conclusiones y Recomendaciones

La experiencia de coordinar y participar en una actividad académica es enriquecedora a nivel profesional.

Para el desarrollo del análisis estadístico se necesitó muchísimo tiempo para aprender pruebas estadísticas necesarias para poder realizar la validación del método, aprender cuál prueba realizar que se adecue a los datos que se tienen, escoger criterios de aceptación, la forma de sistematización de los datos, la presentación de los resultados y la escritura y presentación de los informes fue otro reto porque se requiere presentar datos numéricos que puedan ser comprensibles a simple vista.

La escritura de muchísimos documentos en tan poco tiempo fue estresante, agotador y muchas veces desalentador debido a que se tienen otras obligaciones que cumplir.

Poner a funcionar un SGC es complejo debido a la forma de trabajo y el reto de cambiar el pensamiento del personal en general es complicado, ya que todo cambio trae resistencia. Se debe trabajar en cambiar el pensamiento de que el SGC y el trabajo cotidiano van separados, haciéndole ver al personal de los laboratorios, que el SGC es para facilitar el trabajo de los mismos y que todos deben participar en él, no solo el responsable del SGC y las personas a cargo del ensayo a evaluar.

El SGC no es algo que se comenzó y se terminó, por el contrario, es algo continuo que requiere tiempo y dedicación para mantenerlo.

Con respecto a los objetivos se lograron y se sobrepasaron por muchísimo, a pesar de que ciertos indicadores se lograron con un poco de atraso, debido a que se le tuvo que dar prioridad a la elaboración de procedimientos y registros que no estaban contemplados al inicio de la actividad.