



La salud
es de todos

Minsalud

TALLER TEÓRICO PRÁCTICO SOBRE VALIDACIÓN Y SU APLICABILIDAD EN MÉTODOS DE ANÁLISIS

Yesid Javier Garcia S.

ygarcias@invima.gov.co

CÓMO ESCOGER EL METODO DE ENSAYO?

- Necesidades del cliente (Control de calidad o Normatividad)
- Conocimiento del procedimiento de análisis, conocer el principio del método.
- Reactivos y material de referencia que se usarán en la implementación (pureza, , condiciones de almacenamiento).
- Equipos, Instrumentos y Materiales disponibles.
funcionamiento de los equipos de medición
- Condiciones ambientales e instalaciones.

CÓMO ESCOGER EL METODO DE ENSAYO?

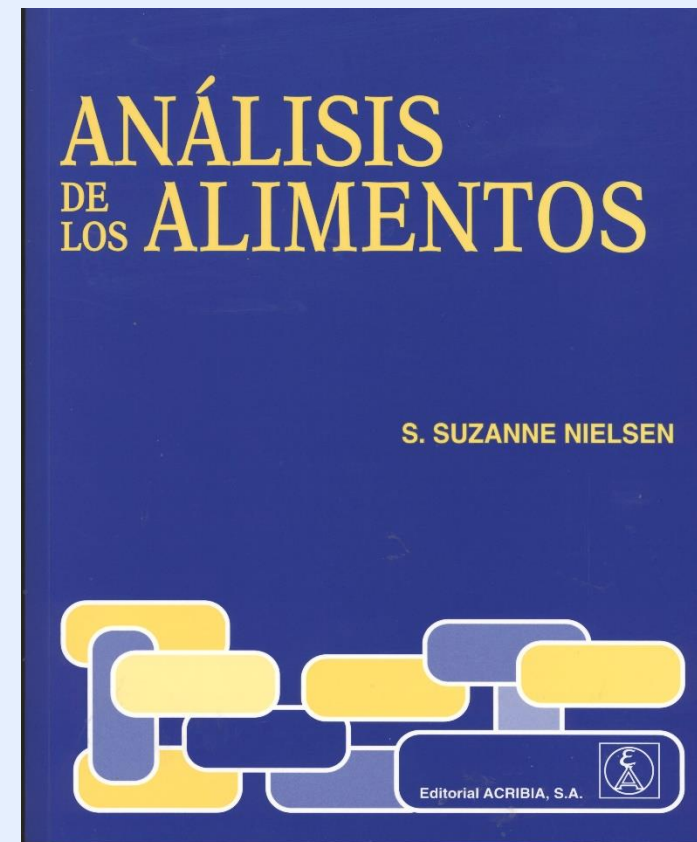
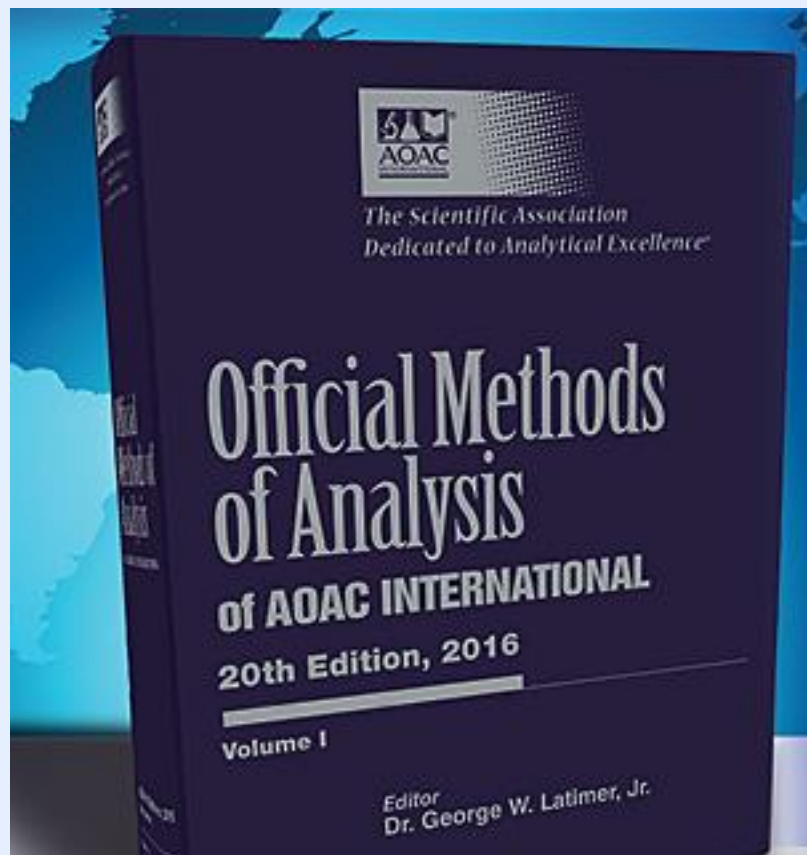
"...Se recomiendan los métodos publicados en normas internacionales, regionales o nacionales o por organizaciones técnicas reconocidas, o en textos o revistas científicas pertinentes, o como lo especifique el fabricante del equipo..."

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO/IEC
17025 de 2017-12-06

CÓMO ESCOGER EL METODO DE ENSAYO?

NORMALIZADO

NO NORMALIZADO



CÓMO ESCOGER EL METODO DE ENSAYO?

***Official Methods of Analysis* (OMA) is a publication of AOAC INTERNATIONAL comprising over 2,500 validated methods.**

*Official Methods of Analysis*SM (OMA) is the most comprehensive and reliable collection of chemical and microbiological methods and consensus standards available. Many Official Methods have been adopted as harmonized international reference methods by the International Organization for Standardization (ISO), International Dairy Federation (IDF), International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), and the Codex Alimentarius Commission.

ENFOQUE DE LA VALIDACIÓN



„El laboratorio debe validar los métodos no normalizados, los métodos desarrollados por el laboratorio y los métodos normalizados utilizados fuera de su alcance previsto o modificados de otra forma.“

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO/IEC 17025 de
2017-12-06

ENFOQUE DE LA VALIDACIÓN

"...El laboratorio debe verificar que puede llevar a cabo apropiadamente los métodos antes de utilizarlos, asegurando que se pueda lograr el desempeño requerido. Se deben conservar registros de la verificación..."

NTC-ISO 17025:2017



DEFINICIONES

NORMA TÉCNICA NTC-ISO/IEC COLOMBIANA 17025

2017-12-06

REQUISITOS GENERALES PARA LA
COMPETENCIA DE LOS LABORATORIOS DE
ENSAYO Y CALIBRACIÓN



3.8 verificación. Aportación de evidencia objetiva de que un ítem dado satisface los requisitos especificados.

DEFINICIONES

NORMA TÉCNICA NTC-ISO/IEC COLOMBIANA 17025

2017-12-06

REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE LOS LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN



3.9 validación. *verificación* (3.8), cuando los requisitos especificados son adecuados para un uso previsto.

EJEMPLO Un procedimiento de medición, habitualmente utilizado para la medición de la concentración en masa de nitrógeno en agua, puede también validarse para la medición de la concentración en masa de nitrógeno en suero humano.

DEFINICIONES

Es la confirmación mediante el suministro de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista..

[ISO 9000:2005]

SISTEMAS DE GESTIÓN DE LA CALIDAD - FUNDAMENTOS Y VOCABULARIO

El proceso para establecer las características de rendimiento y limitaciones de un método y la identificación de las influencias que pueden cambiar estas características y en qué medida.

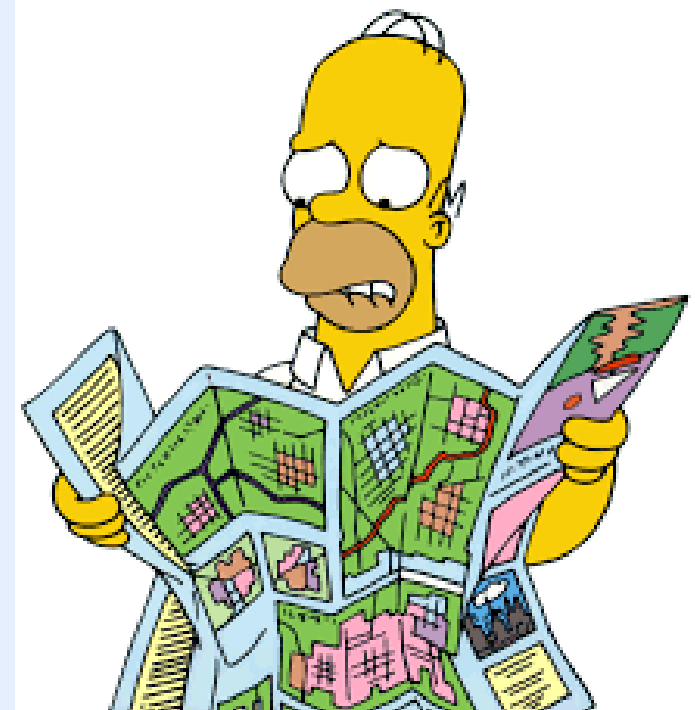
GUIA EURACHEM.

COMO VALIDAR?



GUIAS DE VALIDACIÓN

- ☐ Guías AOAC
- ☐ Guía EURACHEM
- ☐ Guía ISO
- ☐ Guía IUPAC
- ☐ Otras Guías



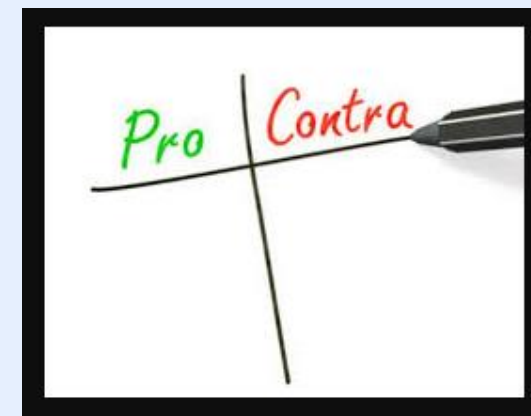
AOAC Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals

CONTENTS

- 1.0 Introduction**
- 1.1 Definitions**
 - 1.1.1 Validation**
 - 1.1.2 Method of analysis**
 - 1.1.3 Performance characteristics of a method of analysis**
- 2.0 Single-Laboratory Validation Work**
 - 2.1 Preparation of the Laboratory Sample**
 - 2.2 Identification**
 - 2.3 Method of Analysis or Protocol**

GUIA AOAC

- ✓ Aplica solo para métodos fisicoquímicos.
- ✓ Tiene la definición y la explicación de cada uno de los parámetros a validar.
- ✓ Da un ejemplo de como debe ser el informe de validación.
- ✓ No aclara el numero de muestras que componen la validación.



AOAC INTERNATIONAL METHODS COMMITTEE GUIDELINES FOR VALIDATION OF QUALITATIVE AND QUANTITATIVE FOOD MICROBIOLOGICAL OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS

Feldsine, Philip, BioControl Systems, Inc., 12822 SE 32nd Street, Bellevue, WA. 98005 USA

Abeyta, Carlos, U.S. Food and Drug Administration, Seafood Products Research Center, 22201 23rd Drive S.E., Bothell, WA 98021-4421 USA

Andrews, Wallace H., U.S. Food and Drug Administration, Division of Microbiological Studies, 5100 Paint Branch Parkway, College Park, MD 20740-3835 USA

3 Terms and definitions

3.1

alternative method

method of analysis that demonstrates or estimates, for a given category of products, the same analyte (3.4) as is measured by using the corresponding reference method (3.2). The method can be proprietary or non-commercial and does not need to cover an entire analysis procedure, that is, from the preparation of samples to the test results.

3.2

reference method

Taken in order of priority herein, the appropriate AOACI, FDA/BAM or USDA reference culture procedure that is applicable to the analyte and sample type that the alternative method is intended to detect. Other internationally recognized methods may also be appropriate reference methods and will be considered on a case by case basis.



La Adecuación al Uso de los Métodos Analíticos

**Una Guía de Laboratorio para Validación de Métodos y
Temas Relacionados**

GUIA EURACHEM

eurachem.org/index.php/publications/guides/mv

The approach is generic in the sense that the Guide does not focus on particular fields of application (food, environment, pharmaceuticals etc.). However, the guide includes references to a number of specific guides in fields where different practices have been developed and become common.

The guide also includes a full bibliography. Further literature references on method validation can be found in the section "Validation of analytical methods" in the [Reading list](#) on this website.

Availability

The Guide is available from this website in the following languages:

- ✦ [Download the guide in English](#)  (Issued 2014) (pdf, 1.2 MB)
- ✦ [Download the guide in Farsi](#)  (Issued April 2016) (pdf, 1.8 MB)
- ✦ [Download the guide in German](#)  (Issued May 2017) (pdf, 860 kB)
- ✦ [Download the guide in Italian](#)  * (Issued February 2017) (pdf, 1.2 MB)
- ✦ [Download the guide in Spanish](#)  (Issued April 2016) (pdf, 1.0 MB)
- ✦ [Download the guide in Turkish](#)  (Issued July 2018) (pdf, 890 kB) **NEW**
- ✦ [Download the guide in Ukrainian](#)  (Amended April 2016) (pdf, 1.1 MB)

GUIA EURACHEM



Guía Eurachem

La Adecuación al Uso de los Métodos Analíticos

Una Guía de Laboratorio para Validación de Métodos y Temas
Relacionados

Segunda Edición Inglesa
Primera Edición Española



GUIA EURACHEM



- ✓ Aplica solo para métodos fisicoquímicos.
- ✓ Tiene la definición y la explicación de cada uno de los parámetros a validar.
- ✓ Aclara el número de muestras que componen la validación.

GUIA EURACHEM

Característica de desempeño	Tipo de aplicación analítica			
	Ensayo de identificación	Ensayo de cuantificación de impurezas	Ensayo para límite de impurezas	Cuantificación del component principal
Selectividad	X	X	X	X
Límite de detección			X	
Límite de cuantificación		X		
Intervalo de trabajo incluyendo linealidad		X		X
Veracidad (sesgo)		X		X
Precisión (repetibilidad y precisión intermedia)		X		X
NOTA La tabla se ha simplificado y adaptado a la estructura y terminología de esta Guía.				

GUIA EURACHEM

Referencia Rápida 1 – Selectividad

Qué hacer	Cuántas veces	Qué calcular/determinar a partir de la información	Comentarios
Analice muestras de ensayo y MR por el método candidato y otros métodos independientes.	1	Use los resultados de las técnicas confirmatorias para evaluar la capacidad del método para confirmar la identidad del analito y su capacidad para medir el analito aislado de otras interferencias.	Decida qué cantidad razonable de información adicional es necesaria para conferir suficiente confiabilidad.
Analice muestras de ensayo conteniendo varias interferencias sospechadas en la presencia de los analitos de interés.	1	Examine el efecto de las interferencias. ¿La presencia de la interferencia inhibe la detección y cuantificación de los analitos?	Si la detección o cuantificación es inhibida por las interferencias, será necesario continuar con el desarrollo del método.

GUIA EURACHEM

Referencia Rápida 6 – Veracidad

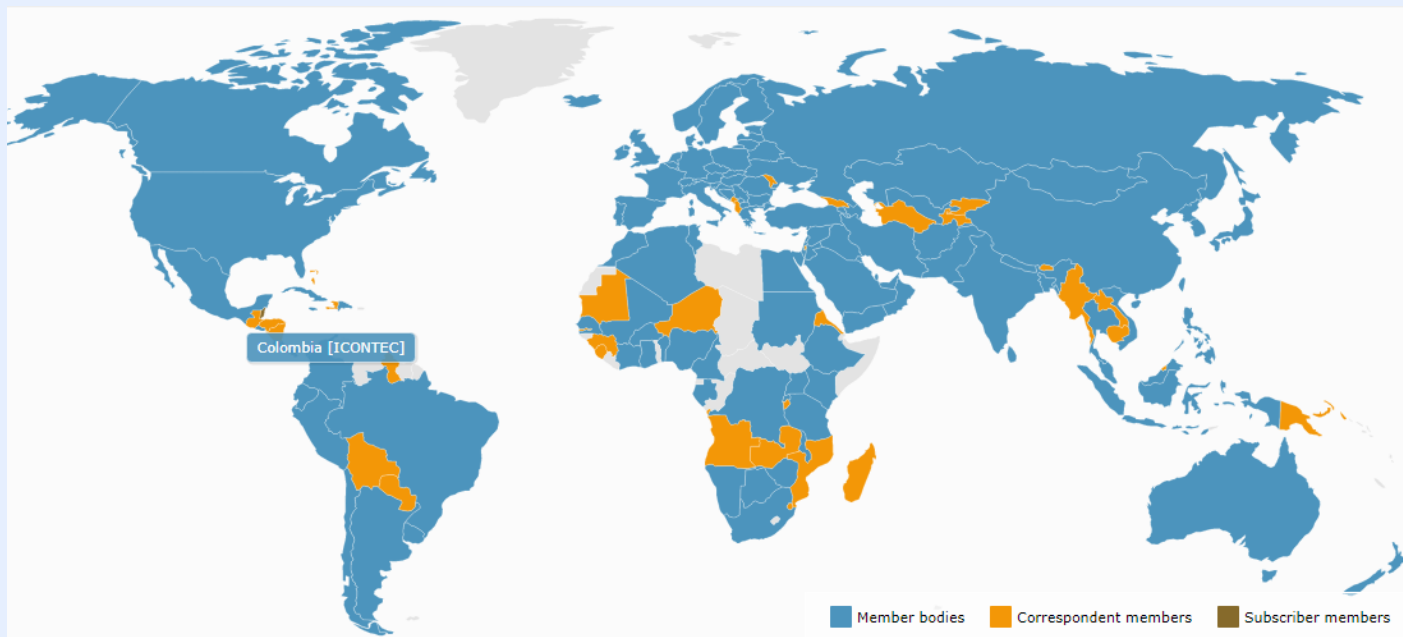
Qué hacer	Cuántas veces	Qué calcular a partir de los datos	Comentarios
a) Medir el MR utilizando el método candidato.	10	Comparar el valor medio, $\bar{x}$ con el valor de referencia x_{ref} para el MR. Calcular el sesgo, b, el sesgo relativo en porcentaje, b (%) o la recuperación relativa en porcentaje (recuperación aparente). $b = \bar{x} - x_{\text{ref}}$ $b(\%) = \frac{\bar{x} - x_{\text{ref}}}{x_{\text{ref}}} \times 100$ $R(\%) = \frac{\bar{x}}{x_{\text{ref}}} \times 100$	Da una medida del sesgo tomando en cuenta los efectos del sesgo del método y del laboratorio.



Accreditation for Microbiological Laboratories

RECORDERIS

La ISO (International Standardization Organization) es la entidad internacional encargada de favorecer la normalización en el mundo. Con sede en Ginebra, es una federación de organismos nacionales, éstos, a su vez, son oficinas de normalización que actúan de delegadas en cada país, como por ejemplo: AENOR en España, AFNOR en Francia, DIN en Alemania, ICONTEC en Colombia.



RECORDERIS

ecollection.icontec.org/colecao.aspx

 **e-Collection** 

[INICIO](#) [FAVORITOS](#) [ACTUALIZACIONES](#) [PREGUNTAS FRECUENTES](#) [ADMINISTRACIÓN](#) [SALIR](#)

Busque  exhibir todas las normas de la colección  búsqueda avanzada

Búsqueda en : ☒ ICONTEC ☐ ISO

Buscar por : ☒ Colección Total ☐ Mi Colección

Número : **Parte :**

Palabra :

Comité :

ICS :

RECORDERIS

NORMA TÉCNICA NTC-ISO/IEC COLOMBIANA 17025

2017-12-06

E: GENERAL REQUIREMENTS FOR THE COMPETENCE OF
TESTING AND CALIBRATION LABORATORIES

CORRESPONDENCIA: esta norma es una adopción idéntica
(IDT) por traducción de la norma
ISO/IEC 17025:2017

GUIAS ISO

INTERNATIONAL
STANDARD

ISO
13843

First edition
2017-06

**Water quality — Requirements
for establishing performance
characteristics of quantitative
microbiological methods**

Calidad del agua

Requisitos para el establecimiento de las
características de funcionamiento de los métodos
microbiológicos cuantitativos

(ISO 13843:2017)

GUIAS ISO

7	Designs for single laboratory verification of a method.....	24
7.1	General considerations	24
7.2	Calculation of sensitivity, specificity, efficiency, selectivity, false positive rate and false negative rate.....	24
7.2.1	Type of sample to be used	24
7.2.2	Number of samples.....	25
7.2.3	Procedure for confirmation.....	25
7.2.4	Categorical performance characteristics	25
7.3	Determination of repeatability	26



GUIAS ISO

GUÍA TÉCNICA COLOMBIANA

**GTC
84**

2003-02-26

**CALIDAD DEL AGUA.
GUÍA PARA LA ORIENTACIÓN ACERCA DE LA
VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS
MICROBIOLÓGICOS**

E: WATER QUALITY. GUIDANCE ON VALIDATION OF
MICROBIOLOGICAL METHODS

CORRESPONDENCIA:

esta guía es una adopción idéntica
(IDT) por traducción de la ISO/TR
13843:2000 Water Quality. Guidance on
Validation of Microbiological Methods.

GUIAS ISO

INTERNATIONAL STANDARD

ISO 16140-1

First edition
2016-06-15

Microbiology of the food chain — Method validation —

Part 1: Vocabulary



GUIAS ISO

INTERNATIONAL STANDARD

**ISO
16140-2**

First edition
2016-06-15

Microbiology of the food chain — Method validation —

Part 2:
**Protocol for the validation of
alternative (proprietary) methods
against a reference method**



GUIAS ISO

Qualitative methods — Technical protocol for validation	2
5.1 Method comparison study	2
5.1.1 General considerations	2
5.1.2 Paired or unpaired study	2
5.1.3 Sensitivity study	2
5.1.4 Relative level of detection study	7
5.1.5 Inclusivity and exclusivity study	9
5.2 Interlaboratory study	10
5.2.1 General considerations	10
5.2.2 Measurement protocol	10
5.2.3 Calculations and summary of data	12
5.2.4 Interpretation of data	15
Quantitative methods — Technical protocol for validation	16
6.1 Method comparison study	16
6.1.1 General considerations	16
6.1.2 Relative trueness study	16
6.1.3 Accuracy profile study	20
6.1.4 Limit of quantification study	24
6.1.5 Inclusivity and exclusivity study	24
6.2 Interlaboratory study	26
6.2.1 General considerations	26
6.2.2 Measurement protocol	26
6.2.3 Calculations, summary, and interpretation of data	27

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA

NTC
5014

2001-11-28

MICROBIOLOGÍA DE ALIMENTOS Y ALIMENTOS
PARA ANIMALES.
PROTOCOLO PARA LA VALIDACIÓN DE
MÉTODOS ALTERNOS

E: MICROBIOLOGY OF FOOD AND ANIMAL FEEDING
STUFFS PROTOCOL FOR VALIDATION OF ALTERNATIVE
METHOD

CORRESPONDENCIA: esta es una adopción equivalente de
la norma ISO/FDIS 16140

© 2002 IUPAC

INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY

ANALYTICAL, APPLIED, CLINICAL, INORGANIC, AND
PHYSICAL CHEMISTRY DIVISIONS

INTERDIVISIONAL WORKING PARTY FOR HARMONIZATION OF
QUALITY ASSURANCE SCHEMES FOR ANALYTICAL LABORATORIES*

HARMONIZED GUIDELINES FOR SINGLE- LABORATORY VALIDATION OF METHODS OF ANALYSIS

GUIA IUPAC

A4. Trueness

A4.1 Estimation of trueness

A4.2 Conditions for trueness experiments

A4.3 Reference values for trueness experiments

A4.3.1 Certified reference materials (CRMs)

A4.3.2 Reference materials

A4.3.3 Use of a reference method

A4.3.4 Use of spiking/recovery

A5. Precision

A6. Recovery

A7. Range

A8. Detection Limit

A9. Limit of determination or limit of quantification

A10. Sensitivity

A11. Ruggedness

A12. Fitness for purpose

A13. Matrix variation

A14. Measurement uncertainty



GUIA IUPAC

- ✓ Aplica solo para métodos fisicoquímicos.
- ✓ Tiene la explicación de cada uno de los parámetros a validar.
- ✓ No aclara el numero de muestras que componen la validación.



OTRAS GUIAS



La Asociación nacional de autoridades de pruebas (NATA) es el organismo nacional de acreditación para Australia.

OTRAS GUIAS



Technical Note 17 — June 2012

Issued: August 2004 Amended and reissued: December 2006, April 2009, March 2012, June 2012

Guidelines for the validation and verification of quantitative and qualitative test methods

OTRAS GUIAS

Characteristics to be evaluated	Validation		Verification	
	Quantitative Method	Qualitative Method	Quantitative Method	Qualitative Method
Limit of detection* and quantitation	✓	-	✓	-
Sensitivity	✓	✓	✓	✓
Selectivity	✓	✓	✓	✓
Range in which the calibration equation applies (linearity of calibration)	✓	-	✓	-
Measuring interval	✓	-	✓	-
Matrix effects	✓	✓	✓	✓
Trueness; bias	✓	✓	✓	✓
Precision (repeatability and reproducibility) / Accuracy	✓	✓	✓	✓
Ruggedness	✓	✓	-	-
Measurement Uncertainty (MU)	✓	-	(1)	-

OTRAS GUIAS

Instrumental repeatability may be determined by the injection of the standard solutions that are used to prepare the working calibration curve as well as an incurred or fortified sample at each of the spike levels 7 times. These injections should be done in random order to minimise bias. Calculate mean, standard deviation and percent relative standard deviation.

Method repeatability may be determined by preparing pools of sample material with levels of the analyte(s) at or near the concentrations used for method recovery studies. This may be done by using incurred material or by fortifying material (blank or incurred) with the required amount of the analyte(s). Replicate extracts are prepared of each of these samples and analysed by one analyst on the same day. Calculate mean, standard deviation and percent relative standard deviation.

For microbiological analyses, repeatability can also be assessed in those cases where samples are plated out in duplicate.

TALLER 1





GRACIAS