



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 1 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

## TABLA DE CONTENIDO

1. OBJETIVO.....	1
2. ALCANCE .....	1
4. DEFINICIONES.....	2
5. POLÍTICA SOBRE LA SELECCIÓN Y VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS.....	7
6. SELECCIÓN DE LOS MÉTODOS.....	8
7. OTROS ASPECTOS IMPORTANTES.....	12
8. INFORME DE VALIDACIÓN DE UN MÉTODO .....	13
9. TRANSITORIO.....	14

### 1. OBJETIVO

Establecer los lineamientos que deben cumplir los laboratorios de ensayo y calibración con respecto a la validación de sus métodos no normalizados, desarrollados o diseñados por el laboratorio, métodos normalizados utilizados fuera del alcance previsto y las verificaciones necesarias para confirmar que el laboratorio puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos

### 2. ALCANCE

Esta política aplica a todos los laboratorios de ensayo y de calibración acreditados y en proceso de acreditación ante ECA bajo las normas INTE-ISO/IEC 17025:2005 e INTE-ISO 15189:2007. A los evaluadores y expertos técnicos que participan en la ejecución de los procedimientos ECA-MC-P09 Procedimiento general de evaluación y acreditación y ECA-MC-P13 Ejecución de la evaluación.

### 3. INTRODUCCIÓN

El reconocimiento formal de la competencia técnica de los laboratorios de ensayo y de calibración, es uno de los principales objetivos del ECA, con la finalidad que los resultados indicados en los informes o certificados de los laboratorios, sean aceptados a nivel nacional e internacional.

El contenido de esta política es de carácter general y aplica a las distintas disciplinas cubiertas por los laboratorios de ensayo y de calibración. A modo de ejemplo, en la Guía de Validación de Métodos ECA-MC-PO01-G01 que complementa esta política se incluyen algunas de las interpretaciones y formas de aplicación de los términos relacionados con la validación y verificación de los métodos, usuales en ciertas disciplinas.

Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:	Fecha de entrada en vigencia:
Comité <i>ad hoc</i> Política de Validación de Métodos	Maritza Madriz Gerente	Acuerdo No. 07, Acta JD-004- 2010, Sesión 04, Agosto 2010, Junta Directiva	Fecha de publicación en La Gaceta No. 171, 02.09.2010

Este documento se distribuye como COPIA NO CONTROLADA, favor confirmar su vigencia en [www.eca.or.cr](http://www.eca.or.cr) antes de hacer uso de esta versión, por si ha sido modificada.



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 2 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

Los requisitos sobre la validación de los métodos, que deben cumplir los laboratorios, se exponen en la cláusula 5.4 Métodos de ensayo y calibración, de la Norma INTE-ISO/IEC 17025:2005 “Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y de Calibración” y en 5.5 Procedimientos analíticos, de la norma INTE-ISO 15189:2007 “Laboratorios de Análisis Clínicos, Requisitos particulares para la calidad y la competencia”; por lo que, el Laboratorio debe:

- Aplicar métodos y procedimientos apropiados para todos los ensayos o las calibraciones dentro de su alcance, que satisfagan las necesidades y requisitos del cliente o usuario del laboratorio
- Demostrar que puede aplicar correctamente los métodos antes de utilizarlos para los ensayos y las calibraciones.
- Asignar a personal calificado, provisto de los recursos adecuados, para introducir métodos de ensayo o calibración desarrollados para su propio uso,
- Planificar el desarrollo de sus propios procedimientos.
- Validar los métodos, no normalizados, los métodos que diseña o desarrolla, los métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto y las verificaciones necesarias para confirmar que el laboratorio puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos, para confirmar que los métodos son aptos para el fin previsto.
- La validación debe realizarse conforme a lo establecido en la guía ECA-MC-PO01-G01.
- Tener y aplicar un procedimiento para estimar la incertidumbre de la medición.
- Responder a las necesidades de los clientes en lo que respecta al ámbito y la exactitud de los valores que se obtienen empleando métodos validados (por ejemplo, la incertidumbre de los resultados, el límite de detección, el límite de cuantificación, la selectividad del método, la linealidad, el límite de repetibilidad o de reproducibilidad, la robustez ante influencias externas o la sensibilidad cruzada frente a las interferencias provenientes de la matriz de la muestra o del ítem de ensayo) tal como fueron fijadas para el uso previsto.

La política de validación de métodos consta de dos documentos, a saber:

1. Esta política, que establece los lineamientos de validación a ejecutar por el Laboratorio para evaluar los métodos de ensayo y calibración, antes de su utilización.
2. La Guía ECA-MC-PO01-G01, que tiene como objetivo regular o sistematizar los procedimientos para la validación de los métodos de ensayo y calibración.

#### 4. DEFINICIONES

- 4.1 Exactitud de medición:** Grado de concordancia entre el resultado de una medición y un valor verdadero convencional, o un valor de referencia, y el valor encontrado. Es la combinación de la veracidad y la precisión.

Este documento se distribuye como COPIA NO CONTROLADA, favor confirmar su vigencia en [www.eca.or.cr](http://www.eca.or.cr) antes de hacer uso de esta versión, por si ha sido modificada.

POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 3 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

**4.2 Exactitud relativa:** Grado de concordancia entre los resultados del método evaluado y los obtenidos utilizando un método de referencia reconocido.

**4.3 Incertidumbre de medición:** Es un parámetro, asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que pueden atribuirse razonablemente al mensurando.

**4.4 Intervalo o ámbito de trabajo:** Intervalo de las concentraciones analíticas o los valores de las propiedades sobre las cuales el método va a ser aplicado. Dentro del intervalo de trabajo puede existir un intervalo de respuesta lineal, en el que, la señal de respuesta del sistema de medición tendrá una relación lineal con la concentración del analito o el valor de la propiedad.

**Nota 1.** Se refiere al intervalo de concentración o el valor de la propiedad, del parámetro de interés, para el cual el método se considera aplicable.

**Nota 2.** El intervalo validado es el intervalo de concentración del analito o del valor de la propiedad, dentro del cual el método se considera válido.

**Nota 3.** Se debe tener en cuenta que el intervalo de medición para un determinado parámetro, varía de un método a otro, e incluso dentro de un mismo método es posible aún realizar variaciones del intervalo cambiando algunas de las variables de medición. No obstante, la validación de un método implica la definición del intervalo o intervalos de medición.

**4.5 Linealidad:** Capacidad de un método de producir resultados que sean directamente, o por medio de una transformación matemática definida, proporcionales a la concentración de analito en la muestra.

El término linealidad aplicado a un método analítico, se refiere al tramo de concentraciones del analito en el que la respuesta del sistema de medición es una función lineal de la concentración; la representación gráfica de este tramo (concentraciones frente a respuestas) debe exhibir una buena correlación de los puntos experimentales a la recta de regresión para que el método analítico en cuestión sea aceptable.

**4.6 Límite de cuantificación:** Concentración mínima de analito en la matriz de una muestra que puede ser cuantificada con una exactitud y precisión aceptable bajo condiciones analíticas específicas.

Los límites de cuantificación son característicos de desempeño que marcan la habilidad de un proceso de medición química para ‘cuantificar’ adecuadamente un analito.

**Nota:** La habilidad para cuantificar se expresa generalmente en términos de la señal o valor (verdadero) del analito que producirá estimaciones con una desviación estándar relativa (RSD) especificada, comúnmente del 10%. Así:  $LQ = kQ \sigma_Q$ , donde,



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 4 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

LQ es el límite de cuantificación,  $\sigma_Q$  es la desviación estándar en ese punto, y kQ es el multiplicador cuyo recíproco es igual a la RSD seleccionada y cuantificada. El valor por omisión de kQ propuesto por La IUPAC es de 10.

**4.7 Límite de detección:** Concentración mínima de un analito en la matriz de una muestra que puede ser detectada, pero no necesariamente cuantificada, bajo condiciones analíticas específicas.

El límite de detección, expresado como la concentración cL, o la cantidad qL, se deriva de la medida más pequeña xL, que puede detectarse con certeza razonable por un procedimiento analítico dado. El valor de xL es dado por la ecuación:  $xL = \bar{x}_{bl} + k s_{bl}$  donde  $\bar{x}_{bl}$  es la media de las mediciones del blanco y  $s_{bl}$  la desviación estándar de las mediciones del blanco y k es un factor numérico elegido de acuerdo al nivel de confianza deseado.

**Nota:** Aplicado a análisis microbiológicos cualitativos, límite de detección es el número mínimo de microorganismos que pueden ser detectados, pero en cantidades que no pueden estimarse con precisión.

**4.8 Material de Referencia Certificado (MRC):** Material de referencia, acompañado de un certificado en el cual uno o más valores de las propiedades están certificados por un procedimiento que establece una trazabilidad adecuada a patrones de un laboratorio Nacional de Metrología o un laboratorio acreditado, en dicho certificado se expresan los valores de la propiedad, y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

**4.9 Material de Referencia (MR):** Material o sustancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneas, y bien difundidas, a las cuales se les debe estimar su incertidumbre, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición, o para asignar valores a los materiales.

**4.10 Mesurando:** Magnitud particular sometida a medición.

**4.11 Método de medición:** Secuencia lógica de las operaciones, descritas de manera genérica, utilizada en la ejecución de las mediciones.

**4.12 Método primario:** Método ampliamente estudiado, que ha demostrado tener una alta exactitud y precisión y que además sus resultados son trazables directamente a unidades del SI.

**4.13 Método de referencia:** Método ampliamente investigado, que describe clara y exactamente las condiciones y procedimientos necesarios, para la medición de uno o más valores de la propiedad, que han demostrado tener exactitud y precisión de acuerdo con su propósito de uso y que puede, por lo tanto, ser usado para evaluar la exactitud de otros métodos por la misma medición, permitiendo además en particular la caracterización de un Material de Referencia.

**4.14 Método desarrollado por el laboratorio:** Método de medición que no se encuentra en normas u otras colecciones de métodos, ni en publicaciones de terceros, habiendo sido desarrollado por el propio laboratorio.

Este documento se distribuye como COPIA NO CONTROLADA, favor confirmar su vigencia en [www.eca.or.cr](http://www.eca.or.cr) antes de hacer uso de esta versión, por si ha sido modificada.



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 5 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

**Nota:** El desarrollo del método incluye la etapa de su validación.

**4.15 Método no normalizado:** Método desarrollado por un tercero (organismo no reconocido a nivel internacional), o que ha sido adaptado por el laboratorio a partir de un método normalizado.

**Nota:** El desarrollo del método, así como su adaptación, incluyen la etapa de su validación.

**4.16 Método normalizado:** Método desarrollado por un organismo de normalización u otro organismo reconocido a nivel internacional, cuyos métodos son generalmente aceptados por el sector técnico correspondiente.

**Nota:** El desarrollo del método incluye la etapa verificación de la validación.

**4.17 Método normalizado modificado:** Método normalizado al cual, por diversas razones, se le realiza una o varias modificaciones que pudiesen influenciar de manera significativa los resultados obtenidos.

**Nota 1:** Cualquier cambio a un método normalizado debe analizarse y demostrar técnicamente su efecto sobre los resultados obtenidos, esto debe estar debidamente documentado

**Nota 2:** Antes de la utilización de un método normalizado modificado, debe realizarse la validación del mismo.

**4.18 Precisión:** Proximidad entre los resultados de mediciones independientes, obtenidos bajo las mismas condiciones específicas. La precisión incluye la repetibilidad y la reproducibilidad.

**4.19 Precisión intermedia:** Precisión obtenida aplicando un mismo procedimiento, sobre una misma muestra, en el mismo laboratorio, bajo condiciones diferentes de operación. Estas condiciones pueden estar relacionadas a las siguientes variables: tiempo, operador, equipamiento o calibración

**4.20 Repetibilidad:** Grado de concordancia entre datos obtenido aplicando un mismo procedimiento, sobre una misma muestra, con el mismo operador, en intervalos cortos de tiempo, utilizando el mismo equipamiento, dentro de un mismo laboratorio, es decir bajo las mismas condiciones.

**4.21 Reproducibilidad:** Grado de concordancia entre datos o resultados obtenido aplicando un mismo procedimiento, sobre una misma muestra, en diferentes laboratorios, distintos operadores, con diferente equipamiento.

**4.22 Robustez:** Capacidad de un método para mantenerse sin cambios ante pequeñas pero deliberadas variaciones en los parámetros del método, que provee una indicación de su confiabilidad durante el uso normal.

**4.23 Selectividad:** Capacidad de un método para cuantificar un analito en presencia de interferencias o la habilidad de un método para determinar específicamente el analito de

Este documento se distribuye como COPIA NO CONTROLADA, favor confirmar su vigencia en [www.eca.or.cr](http://www.eca.or.cr) antes de hacer uso de esta versión, por si ha sido modificada.



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 6 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

interés en la presencia de otros componentes en la matriz bajo condiciones establecidas de prueba.

**4.24 Sesgo:** Caracteriza al error sistemático en un procedimiento analítico dado y es la desviación (positiva o negativa) de la media de los resultados analíticos con respecto al valor verdadero (conocido o aceptado).

**4.25 Validación:** La validación de un método analítico es el proceso de establecer los parámetros y las limitaciones de desempeño del método, así como de identificar los factores que pueden influir en el cambio de dichos parámetros y limitaciones; permite demostrar que el método es adecuado para el propósito, esto es, para resolver un problema analítico particular.

**4.26 Valor verdadero:** Valor consistente con la definición de una magnitud particular dada.

**Nota:** Este es un valor que sería obtenido de una medición perfecta. Por naturaleza, los valores verdaderos son indeterminados. El artículo indefinido “un” se prefiere en lugar del artículo definido “el” cuando se utilizan en conjunción con “valor verdadero” porque puede haber muchos valores consistentes con la definición de una magnitud particular dada.

**4.27 Valor verdadero convencional:** Valor atribuido a una magnitud particular y aceptado, algunas veces por convención, por tener una incertidumbre apropiada para un propósito dado.

**Nota:** “valor verdadero convencional” algunas veces es denominado “valor asignado”, “mejor estimado” del valor, “valor convencional” o “valor de referencia”. Frecuentemente, se utiliza un cierto número de resultados de medición de una magnitud para establecer un valor verdadero convencional.

**4.28 Veracidad:** Es la proximidad de concordancia entre el valor promedio obtenido de una serie grande de resultados de prueba y un valor de referencia aceptado.

**Nota 1:** La medida de la veracidad se expresa por lo general en términos de sesgo. La referencia a la veracidad como “exactitud de la media” no se recomienda generalmente.

**Nota 2:** Para evaluar la veracidad, en los casos donde aplique la recuperación, de aplicarse un factor de corrección debido a dicha recuperación.

**4.29 Verificación de validación (métodos normalizados):** Consiste en evaluar el desempeño de un método normalizado para demostrar que cumple con los requisitos para el uso previsto, que fueron especificados como resultado de su validación por parte del ente u organismo emisor de la norma.



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 7 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

**Nota:** En caso de que la norma, donde se encuentra el método, no contenga criterios para evaluar los parámetros de desempeño, se aceptará el uso de documentos emitidos por organismos internacionalmente aceptados.

**4.30 Valor crítico (LC):** Valor de concentración por debajo del cual se puede establecer que una muestra no contiene al analito, con una probabilidad de cometer un falso positivo igual a  $\alpha$ .

Es el valor contra el cual se debe comparar el resultado de una medición para decidir si se detecta la presencia de un analito en una muestra, con un determinado nivel de confianza.

También es llamado “Nivel Crítico” o “Límite de Decisión” ( $CC\alpha$ ).

IUPAC recomienda un valor de  $\alpha = 0,05$ , pero requisitos más estrictos pueden ser usados, por ejemplo  $\alpha = 0,01$ .

**4.31 Laboratorios de ensayos:** entiéndase todos aquellos que realizan pruebas o análisis químicos, microbiológicos, clínicos, físicos, etc.

**4.32 Componentes traza y componentes mayoritarios:** Esta clasificación se realiza de acuerdo a la concentración en que se encuentren los componentes de la siguiente forma:

- Componentes mayoritarios; proporción entre 10% y 100%
- Componentes minoritarios; proporción entre 0,01% y 10%
- Componentes traza; proporción inferior al 0,01%
- Componentes ultratrazas; proporción sensiblemente inferior a la de los componentes traza.

## 5. POLÍTICA SOBRE LA SELECCIÓN Y VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS

**5.1** El laboratorio usuario de la metodología debe evaluar los diferentes métodos disponibles y seleccionar aquel que mejor se adecúe a las necesidades y los recursos del caso. El método seleccionado debe haber sido validado como parte de su desarrollo.

Como parte de la implementación del método, el laboratorio debe verificar su desempeño contra las especificaciones de la validación. La evaluación del método, unida a la calificación del equipo involucrado, su personal y sus instalaciones, permite evaluar el desempeño del sistema completo y, por ende, su adecuación al propósito del análisis, demostrando así el laboratorio usuario que domina el método y lo usa correctamente.

**5.2** Si un método se va a utilizar con múltiples aplicaciones, se deben realizar el número de validaciones requeridas para cada aplicación.

Este documento se distribuye como COPIA NO CONTROLADA, favor confirmar su vigencia en [www.eca.or.cr](http://www.eca.or.cr) antes de hacer uso de esta versión, por si ha sido modificada.



<b>POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS</b>	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 8 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

**5.3** Los OEC que utilicen muestreo deben contar con mecanismos que garanticen que el proceso de toma de muestra, muestreo (representatividad de la muestra), transporte, custodia de la muestra y el tiempo entre recolección e inicio del análisis, no invalide los resultados de un ensayo.

## **6. SELECCIÓN DE LOS MÉTODOS**

Es responsabilidad del laboratorio utilizar los métodos apropiados para el propósito, según el alcance requerido. Estos métodos pueden ser normalizados, normalizados con modificaciones, no normalizados o desarrollados por el propio laboratorio.

El laboratorio, de común acuerdo con el cliente, puede seleccionar los métodos utilizando su propio criterio o utilizar aquellos métodos normalizados vigentes en el país.

Para la validación de cualquier tipo de método, el laboratorio debe utilizar un procedimiento de validación y elaborar un informe cuyo contenido debe cumplir, como mínimo, con lo indicado en la Guía de Validación de ECA-MC-PO01-G01.

### **6.1. Métodos normalizados**

#### **6.1.1. Laboratorios de ensayo**

6.1.1.1. Los laboratorios de ensayos que utilizan métodos normalizados, sin ninguna modificación, para los que se declara parámetros de desempeño, no requieren realizar una validación exhaustiva de sus métodos, sin embargo, deberán realizar una verificación de la validación, esto es, demostrar mediante examen que la aplicación que realizan del método con su equipo, personal, condiciones ambientales, entre otros, les permite alcanzar los mismos niveles de excelencia que los declarados en el método normalizado.

6.1.1.2. Los laboratorios que trabajan con métodos normalizados deben:

- a) Realizar una revisión de su método, garantizando que controlan todas las variables de influencia al nivel requerido por la norma que utilizan (tanto desde el punto de vista documental como práctico). Los métodos normalizados deben ser utilizados por el laboratorio exactamente como están descritos.
- b) Evaluar los parámetros de desempeño que son declarados en el método normalizado y demostrar estadísticamente que son capaces de alcanzar esos niveles o niveles mejores (ver situación 1, indicada en el cuadro 1 de la Guía ECA-MC-PO01-G01).



<b>POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS</b>	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 9 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

## **6.1.2. Laboratorios de ensayos microbiológicos**

### **Ensayos Cuantitativos**

- 6.1.2.1. Los laboratorios de ensayos microbiológicos cuantitativos deben mantener los datos sobre validación de los sistemas de ensayo comerciales (kits) que utilicen. Estos datos pueden obtenerse de ejercicios de intercomparación o de datos sobre validación remitidos por los fabricantes y sujetos a la evaluación de una tercera parte. Si no se dispone de datos sobre validación o si éstos no son plenamente aplicables, el laboratorio será responsable de completar la validación del método
- 6.1.2.2. Los laboratorios que realizan ensayos microbiológicos como parte de la validación deben estimar la incertidumbre de la medición utilizando métodos internacionalmente reconocidos e identificar todas aquellas fuentes de incertidumbre que no sea posible cuantificar, pero que pueden ser controladas en el laboratorio.

### **Ensayos Cualitativos:**

- 6.1.2.3. Los métodos de ensayo microbiológicos cualitativos, tales como los que el resultado se expresa en términos de detectado/no detectado, y los procedimientos de confirmación e identificación, deben ser validados estimando, cuando sea apropiado, su especificidad, exactitud relativa, desviación positiva, desviación negativa, límite de detección, efecto matricial, repetibilidad y reproducibilidad (véase las definiciones).
- 6.1.2.4. La estimación de la incertidumbre no puede ser realizada en forma directa, pero el laboratorio debe:
- a) Determinar la probabilidad de error en el resultado que emite (probabilidad de falsos positivos y falsos negativos)
  - b) Identificar las fuentes de incertidumbre del ensayo y establecer los mecanismos para controlarlas.

## **6.1.3. Laboratorios de calibración**

- 6.1.3.1. Los laboratorios de calibración deben realizar la validación de sus métodos como mínimo tomando en cuenta los siguientes parámetros de desempeño, y los expuestos en el cuadro 1, situación 1 de la Guía de Validación de Métodos (ECA-MC-PO01-G01):

Este documento se distribuye como COPIA NO CONTROLADA, favor confirmar su vigencia en [www.eca.or.cr](http://www.eca.or.cr) antes de hacer uso de esta versión, por si ha sido modificada.



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 10 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

- a) **Veracidad:**
- la calibración de un patrón o instrumento de valor conocido,
  - La comparación contra un método de calibración más exacto,
  - la comparación contra otro laboratorio (de mayor nivel metrológico) o
  - la participación en comparaciones interlaboratorios.
- b) **Estimación de la incertidumbre:** Se realiza siguiendo las recomendaciones de la “*Guide to Expression of Uncertainty in Measurement, BIPM-IEC-IFCC-ISO-IUPAC-IUPAP-OIML*” para la estimación de la incertidumbre y las políticas del ECA. La componente de precisión (Incertidumbre tipo A) debe estar incluida en este estimación de la incertidumbre.
- c) **Evaluación sistemática de las variables de influencia:** esta evaluación incluye robustez y (cuando aplique) estudios de: estabilidad, distribución espacial de la variable de influencia. Aplicada al campo metrológico, este estudio es equivalente a la caracterización de patrones, sistemas de medición y caracterización de medios de comparación. En algunos casos, la evaluación de las variables de influencia puede ser realizada en forma de cálculo y no necesariamente en forma experimental esto por cuanto existen modelos que permiten realizarlo de esta manera.

## 6.2. Métodos normalizados modificados

- 6.2.1. Los métodos normalizados modificados (incluyendo fuera del alcance previsto) deben estar apropiadamente validados para poder ser utilizados. El laboratorio debe llevar a cabo la validación con su equipo, personal y en sus instalaciones o sitios cubiertos en el alcance de acreditación y demostrar que estas no tienen repercusión sobre la calidad de los resultados (una de las formas reconocidas que puede ser utilizada son los estudios de robustez)
- 6.2.2. El nivel de validación requerido aumenta conforme la magnitud de los cambios realizados. Se consideran cambios menores, por ejemplo, la modificación del tamaño de la muestra y sustitución de algunos reactivos. Se considera cambio mayor, por ejemplo, el cambio de procedimiento o equipo y cambios en el alcance (aplicación a matrices que no se especifican).
- 6.2.3. Para estos casos el laboratorio debe evaluar los parámetros de desempeño descritos en la situación 2, indicada en el cuadro 1 de la Guía ECA-MC-PO01-G01.

## 6.3. Métodos no normalizados

Este documento se distribuye como COPIA NO CONTROLADA, favor confirmar su vigencia en [www.eca.or.cr](http://www.eca.or.cr) antes de hacer uso de esta versión, por si ha sido modificada.

POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 11 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

- 6.3.1. En el caso de métodos no normalizados, los terceros que los desarrollan son responsables de incluir en dicho proceso la etapa de validación, para demostrar que el método cumple con los criterios de aceptación adecuados para el propósito de aplicación; el laboratorio que utiliza el este método debe verificar su desempeño contra las especificaciones de validación y así demostrar que domina el método y lo aplica correctamente.
- 6.3.2. En el caso de que se utilice un método desarrollado por un tercero y que el mismo no lo haya validado, dicho método debe tratarse como un método desarrollado por el laboratorio que lo implementa, y aplicaría lo descrito en los puntos 6.4.1 a 6.4.6
- 6.3.3. Para estos casos el laboratorio debe evaluar los parámetros de desempeño descritos en la situación 3, indicada en el cuadro 1 de la Guía ECA-MC-PO01-G01.

#### **6.4. Métodos desarrollados por el laboratorio**

- 6.4.1. Los parámetros de desempeño mínimos a incluir en la validación de los métodos desarrollados por el laboratorio son los indicados en el cuadro 2, según corresponda, de la Guía de Validación ECA-MC-PO01-G01 (ver también, situación 3, en cuadro 1 de la Guía ECA-MC-PO01-G01.
- 6.4.2. El laboratorio que desarrolla y utiliza sus propios métodos debe validarlos, para demostrar que cumplen con los criterios de aceptación adecuados para el propósito de aplicación.
- 6.4.3. Una vez que el método esté en uso, el laboratorio debe verificar su desempeño contra los parámetros de validación, para demostrar que sigue dominando el ensayo o la calibración y lo realiza correctamente.
- 6.4.4. El laboratorio debe demostrar que tiene un plan en el que se incluye la evaluación de su capacidad en cuanto a personal, equipo y demás recursos que le permitan desarrollar métodos propios.
- 6.4.5. Los métodos desarrollados por el laboratorio deben estar adecuadamente validados, documentados y autorizados antes de su uso. Cuando sea posible, se debe emplear materiales de referencia certificados o equipos calibrados en otros institutos nacionales de metrología con un mayor nivel metrológico, o bien debe utilizarse un método normalizado alterno, preferiblemente de diferente principio de medición, para comparar los resultados.
- 6.4.6. El Laboratorio debe utilizar un procedimiento de validación y elaborar un informe cuyo contenido debe cumplir, como mínimo, con lo indicado en la Guía de Validación de ECA-MC-PO01-G01.



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 12 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

## 7. OTROS ASPECTOS IMPORTANTES

La validación de los métodos debe reflejar las condiciones reales de la aplicación de los mismos. Esto puede conseguirse utilizando, por ejemplo, muestras con un nivel conocido de la especie o analito de interés, materiales de referencia certificados o equipos calibrados, que se asemejen lo más posible a la realidad de trabajo del laboratorio. El analista debe estar consciente que una muestra preparada en la matriz de interés sólo imita parcialmente a una muestra real; no obstante, en muchos casos, ésta es la mejor y la única opción disponible. La extensión de la validación depende del propósito del ensayo, análisis o calibración y de las propiedades del método en cuestión.

Cuando aplique, la validación de un método debe incluir la estimación de la incertidumbre (ver ECA-MC-P20 Política de Trazabilidad e Incertidumbre de las Mediciones), y además abarcar factores que determinan la desviación (error sistemático) y la recuperación imperfecta (medición de la recuperación del analito con el que se haya enriquecido la muestra, medición de blancos, estudio de interferencias y efectos de matriz). Esta estimación también debe considerar aspectos como la homogeneidad y estabilidad de la muestra. En caso de que no aplique la estimación de la incertidumbre el laboratorio deberá documentar esta situación con la justificación técnica que explique y valide la situación.

### 7.1. Validación de los Métodos de Ensayo comerciales (Kits de análisis)

- 7.1.1. Los laboratorios deben conservar los datos sobre la validación de los sistemas de ensayo comerciales (kits) que utilicen, de preferencia remitidos por los fabricantes o insertos.
- 7.1.2. En caso de no contar con los datos del fabricante, o no disponer de datos sobre validación generados por otra fuente, o si éstos no son plenamente aplicables, el laboratorio deberá desarrollar un procedimiento para calcular y evaluar los parámetros de desempeño que considere necesarios para asegurar la confiabilidad del sistema de ensayo comercial.
- 7.1.3. Una forma común de validar este tipo de métodos es mediante comparaciones interlaboratoriales.
- 7.1.4. El laboratorio que implementa un método analítico comercial es responsable de verificar su desempeño contra las especificaciones de la validación, tanto antes de ponerlo en uso como durante su utilización rutinaria, para demostrar que lo domina, usa correctamente y se mantiene bajo las especificaciones dadas por el fabricante.



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 13 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

## 7.2. Revalidaciones

7.2.1. Se debe realizar una revalidación, de forma inmediata, de un determinado método de ensayo, análisis o calibración, cuando se presente una o más de las siguientes situaciones:

- a) Cambio del personal que realiza el ensayo, análisis o calibración
- b) Cambio parcial o total del equipo crítico para el ensayo, análisis o calibración
- c) Obtener resultados no satisfactorios en rondas de comparación o ensayos de aptitud, (Intercomparaciones).
- d) Obtener algún resultado no satisfactorio en alguno de los controles de calidad de los resultados de ensayo, análisis o calibración.

**Nota:** Los laboratorios deben tener implementado un control de calidad de los resultados de ensayos, análisis o calibración. A este tipo de controles es que se refiere el punto 7.2 d.

## 7.3. Documentación de las validaciones

7.3.1. La documentación de la modificación, actualización, validación, verificación y revalidaciones del método deben incluir registros de la determinación de los parámetros de desempeño, limitaciones de su aplicabilidad, procedimientos para control de calidad, calibración y control de documentos. Estos registros deben estar disponibles a solicitud de los miembros del equipo evaluador durante las visitas en sitio, ya sea de evaluación para la acreditación, seguimiento o reevaluación. Tomar en cuenta lo descrito en el punto 5 de la Guía de validación ECA-MC-PO01-G01.

7.3.2. Los procedimientos y responsabilidades para el desarrollo, validación, verificación e implementación de los métodos deben ser descritos en detalle dentro de la documentación del sistema de calidad del laboratorio.

7.3.3. Para laboratorios acreditados, cuando el método es modificado, actualizado o sustituido por uno nuevo, el caso debe ser analizado por el ECA, antes de que se pueda considerar incluirlo dentro del alcance de la acreditación, según se indica en los documentos ECA-MC-P09, Procedimiento General de Evaluación y Acreditación.

## 8. INFORME DE VALIDACIÓN DE UN MÉTODO

Este documento se distribuye como COPIA NO CONTROLADA, favor confirmar su vigencia en [www.eca.or.cr](http://www.eca.or.cr) antes de hacer uso de esta versión, por si ha sido modificada.



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 14 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

- 8.1. Cada validación debe ir acompañada de un informe. El mismo debe ser preparado por el analista/operador/técnico y posteriormente revisado y aprobado por personal calificado.
- 8.2. El Informe de validación debe incluir, como mínimo, los puntos indicados en la guía de Validación de Métodos (ECA-MC-PO01-G01)

## 9. TRANSITORIO

Esta política entrará en vigencia, para los Laboratorios acreditados o en proceso de acreditación, 18 meses después de su publicación, por parte del ECA, en el diario oficial LA GACETA.

El ECA revisará y actualizará, esta política, conforme lo demande su aplicación y los lineamientos internacionales que le apliquen.

## 10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

- Norma INTE-ISO/IEC 17025:2005 Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración.
- ECA-MC-P20-G01 Guía para el cálculo de la incertidumbre.
- Guía para la validación y la verificación de los procedimientos de examen cuantitativos empleados por el laboratorio clínico/Marzo 2008. Fecha de emisión 2008-04-15, fecha de entrada en vigor 2008-09-01, revisión 00.
- The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. EURACHEM Guide. Editor: H. Holcombe, LGC, Teddington: 1998.
- International Vocabulary of Metrology-Basic and General Concepts Associated Terms (VIM) 3<sup>rd</sup> Edition. 2009.
- Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Guide EURACHEM- CITAC Guide: 2000.
- International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). Nomenclature in Evaluation of Analytical Methods including detection and quantification capabilities –IUPAC recommendations 1995 – Pure & Appl.Chem., Vol. 67, N° 10, pp.1699-1723 (1995)
- International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis – IUPAC Technical Report – Pure & Appl.Chem., Vol. 74, N° 5, pp.835-855 (2002)
- Norma ISO 3534-2: 2006. Statistics – Vocabulary and symbols – Part 2: Applied statistics
- Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories- Edition 2- Nordtest Report TR 537 (2004)
- *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*, primera edición, 1993, revisada y reeditada en 1995, International Standardization Organization (Ginebra, Suiza).

Este documento se distribuye como COPIA NO CONTROLADA, favor confirmar su vigencia en [www.eca.or.cr](http://www.eca.or.cr) antes de hacer uso de esta versión, por si ha sido modificada.



POLÍTICA DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	Código N° : ECA-MC-PO01	Páginas: 15 de 15
	Fecha emisión: 04.08.2010	Versión: 01

## 11. IDENTIFICACIÓN DE CAMBIOS

Motivo:	Modificación de documento		
Apartado / Inciso	Páginas	Contenido actual	Contenido anterior
NA	NA	NA	NA

## 12. ANEXOS

NA