

Logo de la Organización Nombre de la Organización	PROTOCOLO DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO	Página 1 de 57
	PG-SGC-034	Revisión #: 0 Fecha (mm/dd/aaaa):

CONTROL DOCUMENTAL	
Reemplaza al documento:	
Fecha de implementación (mm/dd/aaaa):	

APROBACIÓN DEL DOCUMENTO			
	Nombre y Título	Firma	Fecha (mm/dd/aaaa)
Autor			
Revisado por			
Aprobado por			

Logo de la Organización Nombre de la Organización	PROCOLO DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO	Página 2 de 57
	PG-SGC-034	Revisión #: 0 Fecha (mm/dd/aaaa):

Contenidos

1OBJETO.....	6
2ALCANCE.....	6
3DEFINICIONES.....	7
4RESPONSABILIDAD Y AUTORIDAD.....	21
4.1OPERACIONES.....	21
4.2VALIDACIÓN.....	21
4.3CALIDAD.....	21
4.4EQUIPO DE VALIDACIÓN.....	21
4.5EQUIPO DE CUALIFICACIÓN.....	22
4.6PRODUCCIÓN.....	22
4.7MANTENIMIENTO.....	22
4.8INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO.....	23
4.9ÁREAS FUNCIONALES.....	23
4.10PERSONAL DE LA ORGANIZACIÓN.....	23
5DESCRIPCIÓN DE ACTIVIDADES.....	23
5.1PROCESO DE VALIDACIÓN.....	23
5.2PRINCIPIOS DE LA VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO.....	24
5.3TIPOS DE MÉTODOS DE ENSAYO.....	25
5.4PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO.....	26
5.4.1ESPECIFICIDAD.....	26
5.4.1.1PROCEDIMIENTO.....	26
5.4.1.1.1PROCEDIMIENTO A: POTENCIA, DISOLUCIÓN Y UNIFORMIDAD DE CONTENIDO. COMPARACIÓN DEL COMPORTAMIENTO DE LA MATRIZ O IMPUREZAS CON RESPECTO AL COMPORTAMIENTO DEL ESTANDAR.....	26
5.4.1.1.2PROCEDIMIENTO B: POTENCIA, DISOLUCIÓN Y UNIFORMIDAD DE CONTENIDO. COMPARACIÓN DEL COMPORTAMIENTO DE LA MUESTRA CON RESPECTO AL COMPORTAMIENTO DEL ESTANDAR.....	27
5.4.1.1.3PROCEDIMIENTO C: POTENCIA, DISOLUCIÓN Y UNIFORMIDAD DE CONTENIDO. COMPARACIÓN DEL COMPORTAMIENTO DE MUESTRA ENRIQUECIDA CON MATRIZ CON RESPECTO AL COMPORTAMIENTO DEL ESTANDAR ENRIQUECIDO CON MATRIZ.....	27
5.4.1.1.4PROCEDIMIENTO D: POTENCIA, DISOLUCIÓN Y UNIFORMIDAD DE CONTENIDO. COMPARACIÓN DEL COMPORTAMIENTO DE MUESTRAS ENRIQUECIDAS CON ANALITO CON RESPECTO AL COMPORTAMIENTO DEL ESTANDAR ENRIQUECIDO CON ANALITO.....	27
5.4.1.1.5PROCEDIMIENTO E: PRUEBAS CUANTITATIVAS PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE IMPUREZAS O DE VALORES LÍMITE PARA EL CONTROL DE IMPUREZAS. ADICIÓN DE ESTANDAR DE IMPUREZAS A LA MUESTRA.....	28
5.4.1.1.6PROCEDIMIENTO F: PRUEBAS CUANTITATIVAS PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE IMPUREZAS O DE VALORES LÍMITE PARA	

Logo de la Organización Nombre de la Organización	PROCOLO DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO	Página 3 de 57
	PG-SGC-034	Revisión #: 0 Fecha (mm/dd/aaaa):

EL CONTROL DE IMPUREZAS. COMPARACIÓN DE MÉTODOS.....	28
5.4.1.1.7PROCEDIMIENTO G: PRUEBAS DE IDENTIFICACIÓN.....	28
5.4.1.2DOCUMENTACIÓN.....	29
5.4.1.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	29
5.4.1.3.1CRITERIO DE ACEPTACIÓN DEL PROCEDIMIENTO A.....	29
5.4.1.3.2CRITERIO DE ACEPTACIÓN DEL PROCEDIMIENTO B.....	29
5.4.1.3.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN DEL PROCEDIMIENTO C.....	29
5.4.1.3.4CRITERIO DE ACEPTACIÓN DEL PROCEDIMIENTO D.....	29
5.4.1.3.5CRITERIO DE ACEPTACIÓN DEL PROCEDIMIENTO E.....	30
5.4.1.3.6CRITERIO DE ACEPTACIÓN DEL PROCEDIMIENTO F.....	30
5.4.1.3.7CRITERIO DE ACEPTACIÓN DEL PROCEDIMIENTO G.....	30
5.4.2EXACTITUD. ADICIÓN Y RECUPERACIÓN.....	31
5.4.2.1PROCEDIMIENTO.....	31
5.4.2.1.1PROCEDIMIENTO A: COMPRACIÓN CON UN MÉTODO OFICIAL, NORMALIZADO Y VALIDADO.....	31
5.4.2.1.2PROCEDIMIENTO B: ADICIÓN DE ESTANDAR CON PLACEBO.....	31
5.4.2.1.3PROCEDIMIENTO C: ADICIÓN DE ESTANDAR CON MUESTRA.....	32
5.4.2.1.4PROCEDIMIENTO D: COMPARACIÓN DE LAS CURVAS DE REGRESIÓN LINEAL DE LOS ESTANDARES CON LAS CURVAS DE REGRESIÓN LINEAL DE LOS PLACEBOS ENRIQUECIDOS. MÉTODO DE CURVAS DE RESPUESTA RELATIVA.....	32
5.4.2.1.5PROCEDIMIENTO E.....	32
5.4.2.2DOCUMENTACIÓN.....	33
5.4.2.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	33
5.4.2.3.1CRITERIO DE ACEPTACIÓN PARA EL PROCEDIMIENTO A.....	33
5.4.2.3.2CRITERIO DE ACEPTACIÓN PARA EL PROCEDIMIENTO B.....	33
5.4.2.3.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN PARA EL PROCEDIMIENTO C.....	34
5.4.2.3.4CRITERIO DE ACEPTACIÓN PARA EL PROCEDIMIENTO D.....	34
5.4.2.3.5CRITERIO DE ACEPTACIÓN PARA EL PROCEDIMIENTO E.....	35
5.4.3LÍMITE DE DETECCIÓN.....	35
5.4.3.1LÍMITE DE DETECCIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO NO INSTRUMENTALES.....	35
5.4.3.1.1PROCEDIMIENTO: COMPARACIÓN DE BLANCO Y BLANCO ENRIQUECIDO A UNA SOLA CONCENTRACIÓN.....	35
5.4.3.2LÍMITE DE DETECCIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO INSTRUMENTALES.....	36
5.4.3.2.1PROCEDIMIENTO: COMPARACIÓN DE BLANCO Y BLANCO ENRIQUECIDO A UNA SOLA CONCENTRACIÓN.....	36
5.4.3.2.2PROCEDIMIENTO: BLANCO ENRIQUECIDO A UNA SOLA CONCENTRACIÓN.....	37
5.4.3.2.3PROCEDIMIENTO: COMPARACIÓN DE BLANCO Y BLANCO ENRIQUECIDO A DIFERENTES CONCENTRACIONES.....	37
5.4.3.2.4PROCEDIMIENTO: DETERMINACIÓN DEL CORREDOR DE ERROR.....	38
5.4.3.2.5PROCEDIMIENTO: COMPARACIÓN SEÑAL / RUIDO.....	38
5.4.3.3DOCUMENTACIÓN.....	39
5.4.3.4CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	39
5.4.4LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN.....	40
5.4.4.1LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO NO INSTRUMENTALES.....	40

Logo de la Organización Nombre de la Organización	PROTOCOLO DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO	Página 4 de 57
	PG-SGC-034	Revisión #: 0 Fecha (mm/dd/aaaa):

5.4.4.1.1PROCEDIMIENTO: MUESTRAS PREPARADAS.....	40
5.4.4.2LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO INSTRUMENTALES	40
5.4.4.3PROCEDIMIENTO: MUESTRAS PREPARADAS.....	40
5.4.4.4PROCEDIMIENTO: COMPARACIÓN SEÑAL / RUIDO.....	40
5.4.4.5PROCEDIMIENTO: RESPUESTA DE LINEA BASE EN CROMATOGRAFÍA LÍQUIDO O CROMATOGRAFÍA GASEOSA.....	41
5.4.4.6PROCEDIMIENTO: INYECCIÓN DOBLE DE LA MUESTRA DE ANALITO.....	41
5.4.4.7DOCUMENTACIÓN.....	42
5.4.4.8CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	42
5.4.5LINEALIDAD.....	42
5.4.5.1PROCEDIMIENTO.....	42
5.4.5.1.1INTERVALO DE TRABAJO.....	42
5.4.5.1.2PROCEDIMIENTO A: LINEALIDAD E INTERVALO DEL SISTEMA.....	43
5.4.5.1.3PROCEDIMIENTO B: LINEALIDAD E INTERVALO DEL MÉTODO.....	44
5.4.5.2DOCUMENTACIÓN.....	44
5.4.5.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	45
5.4.6PRECISIÓN.....	46
5.4.6.1PROCEDIMIENTO.....	46
5.4.6.2DOCUMENTACIÓN.....	46
5.4.6.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	47
5.4.7PRECISIÓN INTERMEDIA.....	47
5.4.7.1PROCEDIMIENTO.....	47
5.4.7.2DOCUMENTACIÓN.....	47
5.4.7.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	47
5.4.8RANGO.....	48
5.4.8.1PROCEDIMIENTO.....	48
5.4.8.2DOCUMENTACIÓN.....	48
5.4.8.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	48
5.4.9REPETIBILIDAD.....	48
5.4.9.1PROCEDIMIENTO.....	48
5.4.9.2DOCUMENTACIÓN.....	49
5.4.9.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	49
5.4.10REPRODUCIBILIDAD.....	49
5.4.10.1PROCEDIMIENTO.....	49
5.4.10.2DOCUMENTACIÓN.....	49
5.4.10.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	50
5.4.11ROBUSTEZ.....	50
5.4.11.1PROCEDIMIENTO.....	50
5.4.11.2DOCUMENTACIÓN.....	51
5.4.11.3CRITERIO DE ACEPTACIÓN.....	51
5.5VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICOS CUANTITATIVOS NO NORMALIZADOS.....	51
5.6VERIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICOS CUANTITATIVOS NORMALIZADOS.....	53
5.7VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO PARA PRODUCTOS FARMACEÚTICOS.....	54
5.8VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS DE ENSAYO COMERCIALES.....	55

<i>Logo de la Organización</i> <i>Nombre de la Organización</i>	PROTOCOLO DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO	Página 5 de 57
	PG-SGC-034	Revisión #: 0 Fecha (mm/dd/aaaa):

5.9VERIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO.....	55
5.10REVALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO.....	55
6REFERENCIAS.....	56
7FORMULARIOS.....	56
8ANEXOS.....	57
9CAMBIOS EN EL DOCUMENTO.....	57
9.1IDENTIFICACIÓN DE LOS CAMBIOS EN EL DOCUMENTO.....	57
9.2JUSTIFICACIÓN DE LOS CAMBIOS EN EL DOCUMENTO.....	57

Logo de la Organización Nombre de la Organización	PROTOCOLO DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO	Página 56 de 57
	PG-SGC-034	Revisión #: 0 Fecha (mm/dd/aaaa):

demostrar que las especificaciones del método original no se ven afectadas por la modificación introducida.

El nivel de revalidación requerido aumenta conforme la magnitud de los cambios realizados.

Se consideran **cambios menores** en el método de ensayo, por ejemplo, la modificación del tamaño de la muestra y sustitución de reactivos.

Se considera **cambios mayores** en el método de ensayo, por ejemplo, el cambio de procedimiento o equipo y cambios en el alcance (aplicación a matrices que no se especifican).

Para demostrar que una versión modificada de un método cumple las mismas especificaciones que el método original, se realizan comparaciones utilizando réplicas. El diseño experimental y el análisis de los resultados será estadísticamente válidos.

6 REFERENCIAS

"The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics

CITAC / EURACHEM GUIDE. A Guide to Quality in Analytical Chemistry. Ed. 2002.

7 FORMULARIOS

Formulario #	Revisión #	Título
FO-SGC-034001	0	Validación Método de Ensayo