



Validación de Métodos en Laboratorios de Metrología

La validación de métodos, es un tema, requisito, donde todo laboratorio tiene 'áreas de oportunidad' -haciendo referencia al término político que utilizan los grupos evaluadores de auditores, expertos técnicos-

Suele ser visto ya sea como una actividad redundante o incluso innecesaria, para usuarios poco avezados, sin embargo desde otra posición, podríamos decir que llevar a cabo el proceso de validación permite demostrar y documentar el diseño, desarrollo y resultados de nuestros servicios, proceso donde el conocimiento y experiencia, el 'know-how', se vierten y evidencian.



Verificación o Validación de Métodos

<i>Incertidumbre de Medida</i>		<i>Ensayos de Aptitud</i>	
<i>Sesgo y Deriva</i>	<i>Estabilidad y Consistencia</i>	<i>Comparaciones Interlaboratorio</i>	
<i>Comprobaciones Intermedias</i>	<i>Cartas de Control</i>	<i>Precisión Intermedia</i>	
<i>Repetibilidad</i>	<i>& Reproducibilidad</i>	<i>Robustez</i>	<i>Sesgo método & laboratorio</i>
<i>Instrumentos trazables</i>	<i>& Personal competente</i>	<i>& Infraestructura condiciones de referencia</i>	<i>& Métodos normalizados</i>

Apasionados por la Metrología

La Guía MetAs es el boletín electrónico de difusión periódica de MetAs y Metrólogos asociados. En La Guía MetAs se presentan noticias de metrología, artículos e información técnica; que deseamos compartir con usted, colegas, usuarios, clientes estudiantes y todos aquellos interesados en la metrología técnica e industrial.

MetAs-Matriz:
 Antonio Caso # 246, Centro, 49000
 Cd. Guzmán, Jalisco, México.
 341 413 6123,

MetAs-Óptica:
 Av. Luis Vega y Monroy #322-6 Planta Baja.
 Plazas del Sol 1a Sección, 76099
 Querétaro, Querétaro, México.
 442 223 4527

MetAs-Guadalajara:
 Batalla de Zacatecas #2931,
 Fraccionamiento Revolución, 45589,
 Tlaquepaque, Jalisco, México.
 333 860 7141

Servicios Metrológicos

Laboratorios acreditados

EMA	ME-15 Mediciones Especiales
A-05 Acústica	OP-05 Óptica
DEN-09 Densidad	P-44 Presión
D-159 y D-159-S1 Dimensional	T-38 Temperatura
E-67 Eléctrica	TF-22 Tiempo y Frecuencia
EM-03 Equipo Médico	V-33 Volumen
H-05 Humedad	MM-1328-127/21 Metal Mecánica
M-129 Masa	

Consultoría:
 Capacitación, entrenamiento, asesoría, auditorías, ensayos de aptitud, sistemas de calidad.

Gestión Metrológica:
 Subcontratación de servicios, selección de proveedores, confirmación metrológica.

Ingeniería:
 Selección de equipos, desarrollo de sistemas de medición y software, reparación y mantenimiento.

SELECCIÓN DEL MÉTODO

La norma ISO/IEC 17025 (2017) establece como requisito, que los Certificados (informes) de Calibración y Reportes (informes o certificados) de Ensayo, deben incluir como parte de la información mínima, identificación del método utilizado. Es común confundir este requisito como: a) solo indicar el número, código o clave del procedimiento, instructivo o norma utilizada, b) una descripción breve del proceso, o bien, c) mencionar el nombre o título del procedimiento, norma o instructivo, cuando este nombre no necesariamente hace referencia al nombre del método utilizado. La norma internacional ISO/IEC 17025 identifica los métodos en términos de su origen como métodos: normalizados, modificados, desarrollados por el laboratorio; mientras que el vocabulario ISO/IEC 99 (2010), el VIM, los clasifica en término de su fundamento y proceso de medición y otras incluso como: nuevos, OEM, GIDEP.

Métodos normalizados

Los métodos de medición, ensayo o calibración normalizados, normalmente los podremos encontrar documentados en: normas internacionales, regionales o nacionales; organizaciones técnicas reconocidas; revistas, textos o guías científicas relevantes y de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

Normalizados:

*Modificados,
Fuera del
alcance*

Métodos modificados

Métodos normalizados utilizados fuera de su alcance previsto o modificados de otra forma. Es el caso, cuando es necesario utilizar métodos no cubiertos por los métodos normalizados, los cuales son sujetos a acuerdo con el usuario.

Métodos desarrollados por el laboratorio

Son los métodos desarrollados internamente por el laboratorio, cuando no se cuenta con métodos normalizados que cubran los servicios de medición, prueba o calibración requeridos.

Métodos nuevos

La norma europea de validación de métodos EAL-P11 (1997) una de las primeras en abordar este tema, es muy clara ante la justificación de métodos nuevos. "La necesidad de métodos de prueba nuevos o mejorados se da cuando carecemos de métodos o los existentes no son lo suficientemente completos, buenos o eficientes." "No hay necesidad de que la comunidad de laboratorios desarrolle métodos nuevos si existen algunos que pueden considerarse adecuados."

Métodos OEM y GIDEP

Se presenta una controversia en sentido de si los métodos documentados en los manuales de los fabricantes de equipo, conocidos en inglés como OEM 'Original Equipment Manufacturer -Manual-' y los métodos GIDEP 'Government Industry Data Exchange Program', pueden ser considerados como métodos normalizados (GIDEP, 2022), los métodos GIDEP son reconocidos por los organismos de acreditación estadounidenses y canadienses. Algunos de estos documentos se limitan a ser instructivos de operación ajuste, sin necesariamente cubrir los requisitos para llamarles métodos de medición o calibración.

No
Normalizados:
Desarrollados,
Nuevos,
GIDEP, OEM

Además de clasificar los métodos en términos de su origen como se pretendió en los párrafos anteriores, los métodos pueden clasificarse en términos de los fenómenos y fundamentos y el como se realiza y documenta el proceso de medición, ensayos o calibración. Por ejemplo tenemos:

Métodos o procedimiento de medida Primarios:

Efecto Josephson, potenciométrico, interferométrico, puntos fijos, área efectiva, ..., algunos suelen ser métodos indirectos.

Método, forma o proceso de Medición:

Comparación, Directo, Indirecto, Sustitución, Diferencial, Nulos, ...

Métodos Normativos de referencia:

ISO, IEC, OIML, ANSI, ASTM, EN, EA, EURAMET, NOM, NMX, ...

DEFINICIONES

Revisemos algunas definiciones del Vocabulario Internacional de Metrología VIM, referentes a los diferentes tipos de métodos utilizados en los procesos de medición, ensayo o calibración, Guía ISO/IEC 99 (2010), (OIML V 2), (ISO/IEC17000), (ISO Guide 30).

Principio de medición (VIM)

Base científica de una medición.

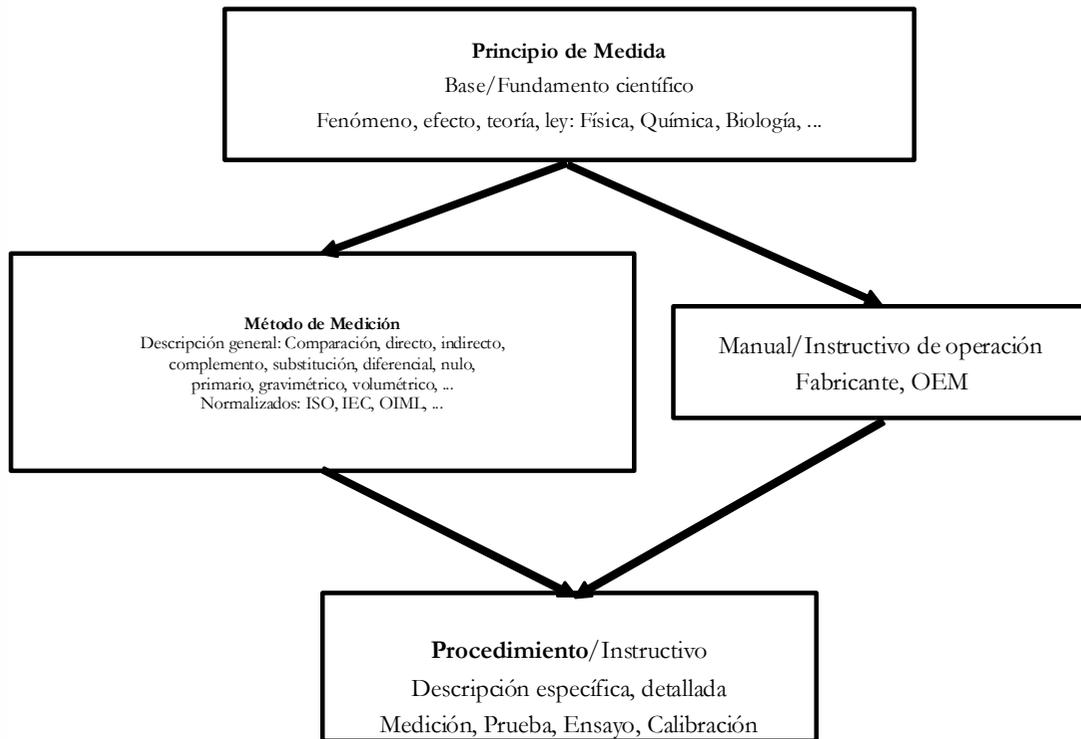
Ejemplos:

El efecto termoeléctrico aplicado a la medición de temperatura,

El efecto Josephson aplicado a la diferencia de potencial eléctrico,

El efecto Doppler aplicado a la medición de velocidad,

El efecto Raman aplicado a la medición del número de onda de las vibraciones moleculares.



Principio, Método y Procedimiento (ISO/IEC Guide 99, 2010)

Método de medición (VIM)

Sucesión lógica de las operaciones, descritas de una forma genérica, utilizadas en la ejecución de las mediciones.

Nota: El método de medida puede ser calificado de diversas formas tales como:

- Método de sustitución,
- Método diferencial,
- Método nulo o de cero.

Método de referencia (ISO Guide 30)

Método exhaustivamente estudiado que describe clara y exactamente las condiciones y procedimientos necesarios para la medición de uno o más valores de las propiedades, que poseen una exactitud y precisión proporcionales a su utilización y que puede utilizarse para evaluar la exactitud de otros métodos para la misma medición, particularmente permite la caracterización de un MR.

Procedimiento de medición (VIM)

Conjunto de operaciones, descrito específicamente, para realizar mediciones particulares de acuerdo a un método determinado.

Nota: Un procedimiento de medición es usualmente descrito con ese nombre, con suficiente detalle que permite al operador efectuar una medición sin información adicional.

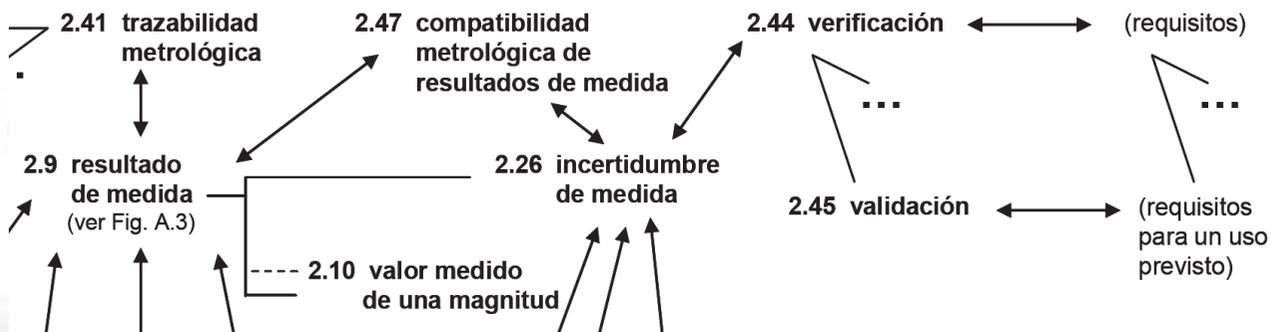
Nota: La norma ISO/IEC 17025 (2017), nos indica que el término “método”, es utilizado en ese documento como sinónimo del término “procedimiento de medición”, aunque de acuerdo con el VIM 3a edición o la Guía ISO/IEC 99 (2010), no son idénticos.

Proceso de Medición (ISO 10012:2003)

Conjunto de operaciones para determinar el valor de una magnitud.

Medir no es solamente el hecho de tomar una lectura y registrarla; medir es todo un conjunto de operaciones que implica al menos responder: qué mensurando deseo conocer, cuál es su aplicación, con qué magnitud le asignamos un valor, qué equipo (instrumento de medición o medida materializada) debemos utilizar, qué exactitud requerimos, qué método de medición voy a utilizar y por supuesto cómo voy a tomar y registrar la lectura, qué correcciones necesito aplicar, cómo reportaremos el resultado, etc.

VERIFICACIÓN O VALIDACIÓN DEL MÉTODO



Verificación y Validación (ISO/IEC Guide 99, 2010)

Verificación de métodos normalizados o Validación de métodos no normalizados

El tener claro si el método que utilizamos es normalizado o no, impacta directamente el alcance del proceso de validación, pues mientras que los métodos desarrollados por el laboratorio, utilizados fuera de su alcance o modificados demandan una 'validación completa'; en los métodos normalizados se puede demostrar el que son apropiados o adecuados a su propósito con un subconjunto de las características de desempeño del método, a lo cual en la norma ISO/IEC 17025 se le llama actualmente 'verificación', en las versiones anteriores se le llamaba 'confirmación'. Veamos la descripción de los términos 'verificación' y 'validación' de acuerdo con el VIM (ISO/IEC Guide 99, 2010).

Verificación de Normalizados

Validación de No-Normalizados

Verificación

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

Ej. 1 La confirmación de que un material de referencia declarado es homogéneo para el valor y el procedimiento de medición correspondientes, para muestras de masa de valor hasta 10 mg.

Ej. 2 La confirmación de que se satisfacen las propiedades de funcionamiento declaradas o los requisitos legales de un sistema de medición.

Ej. 3 La confirmación de que puede alcanzarse una incertidumbre de medición objetivo.

Nota 1: Cuando sea necesario, se debería tener en cuenta la incertidumbre de medición.

Nota 2: El elemento puede ser, por ejemplo, un proceso, un procedimiento de medición, un material, un compuesto o un sistema de medición.

Nota 3: Los requisitos especificados pueden ser, por ejemplo, que se cumplan las especificaciones del fabricante.

Nota 4: En metrología legal, la verificación, tal como la define el VIML, y en general en la evaluación de la conformidad, puede conllevar el examen y el marcado y u o emisión de un certificado de verificación para un sistema de medición.

Nota 5: No debería confundirse la verificación con la calibración. No toda verificación es una validación.

Nota 6: En química, la verificación de la identidad de la entidad involucrada, o de la actividad, requiere una descripción de la estructura o las propiedades de dicha entidad o actividad.

Validación

Verificación, cuando los requisitos especificados son adecuados para un uso previsto.

Ej. 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.

Validación		Evidencias		Examen
Verificación -confirmación-	=	-objetivas-	+	-satisfactorio, adecuado-
Reporte Declaración de Conformidad Adecuación para el Propósito	=	Aseguramiento -de la validez- de las mediciones- resultados, Estudios, Experimentos, Ensayos-pruebas, Comparaciones, Datos y Análisis Estadístico.	+	Evaluar la Conformidad. Revisar, Calificar, Uso Previsto, Requisitos Especificados

REQUISITOS ISO/IEC 17025, DONDE SE ABORDAN VALIDACIÓN DE MÉTODOS

* Revisión de solicitudes, ofertas y contratos

El laboratorio debe contar con un procedimiento para la revisión de solicitudes, ofertas y contratos. El procedimiento debe asegurar que: se seleccionan los métodos o procedimientos adecuados y que sean capaces de cumplir los requisitos del cliente.

El laboratorio debe informar al cliente cuando el método solicitado por éste se considere inapropiado o desactualizado.

Las desviaciones [al método] solicitadas por el cliente no deben tener impacto sobre la integridad de laboratorio o sobre la validez de los resultados,

* Selección, verificación y validación de métodos.

* Muestreo

- * Manipulación de los elementos de ensayo o calibración
- * Aseguramiento de la validez de los resultados
- * Informe de resultados

Requisitos comunes para los Informes (ensayo, calibración o muestreo)

Cada informe debe incluir, al menos, la siguiente información, a menos que el laboratorio tenga razones válidas para no hacerlo, minimizando así cualquier posibilidad de interpretaciones equivocadas o de uso incorrecto: la identificación del método utilizado; las adiciones, desviaciones o exclusiones del método;

Selección, Verificación y Validación de métodos

Selección y verificación de métodos.

El laboratorio debe usar métodos y procedimientos apropiados para todas las actividades de laboratorio y, cuando sea apropiado, para la evaluación de la incertidumbre de medición, así como también las técnicas estadísticas para el análisis de datos.

El término "método", como se usa en este documento, se puede considerar como sinónimo del término "procedimiento de medición", tal como se define en el VIM.

Todos los métodos, procedimientos y documentación de soporte, tales como instrucciones, normas, manuales y datos de referencia pertinentes a las actividades de laboratorio se deben mantener actualizadas y fácilmente disponibles para el personal.

El laboratorio debe asegurarse de que utiliza la última versión vigente de un método, a menos que no sea apropiado o posible. Cuando sea necesario, la aplicación del método se debe complementar con detalles adicionales para asegurar su aplicación de forma coherente.

Las normas nacionales, regionales o internacionales u otras especificaciones reconocidas que contengan información suficiente y concisa acerca de cómo realizar las actividades de laboratorio no necesitan ser complementadas o reescritas como procedimientos internos si están redactadas de manera que puedan utilizarse por el personal operativo del laboratorio. Puede ser necesario proporcionar documentación adicional para los pasos opcionales en el método, o detalles adicionales.

Métodos Normalizados
Normas:
Internacionales
Regionales
Nacionales
OEM

Cuando el cliente no especifica el método a utilizar, el laboratorio debe seleccionar un método apropiado e informar al cliente acerca del método elegido. Se recomiendan los métodos [normalizados] publicados en:

Normas Internacionales, ej. ISO, IEC, OIML, ILAC, ...,

Regionales, ej. EURAMET, EURACHEM, EA, Eurolab, SIM, APMP, IAAC, APAC, ..., o

Nacionales, ej. NOM, NMX, NRF, o

Organizaciones técnicas reconocidas, ej. ASTM, ASME, IEEE, NIST, DKD..., o

Textos o revistas científicas pertinentes, ej. BIPM-Metrologia, ISO-Focus, IEEE-Xplore, PTB-Mitteilungen, The Journal of Research of NIST, ..., o

Especificación del fabricante del equipo , ej. manuales o instructivos del fabricante, OEM.

Métodos desarrollados por el laboratorio o modificados.

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. Si el método es modificado por el organismo que lo publicó, la verificación se debe repetir, en la extensión necesaria.

Cuando se requiere desarrollar un método, debe ser una actividad planificada y se debe asignar a personal competente provisto con recursos adecuados. A medida que se desarrolla el método, se deben llevar a cabo revisiones periódicas para confirmar que se siguen satisfaciendo las necesidades del cliente. Cualquier modificación al plan de desarrollo debe estar aprobada y autorizada.

Las desviaciones a los métodos para todas las actividades de laboratorio solamente deben suceder si la desviación ha sido documentada, justificada técnicamente, autorizada y aceptada por el cliente. La aceptación de las desviaciones por parte del cliente se puede acordar previamente en el contrato.

Validación de los métodos

El laboratorio debe validar todos los métodos o procedimientos de servicios de metrología: no normalizados, desarrollados por el laboratorio y normalizados utilizados fuera de su alcance previsto o normalizados modificados de otra forma.

La validación debe ser tan amplia como sea necesaria para satisfacer las necesidades de la aplicación o del campo de aplicación dados.

La validación puede incluir procedimientos para: muestreo, manipulación y transporte de los elementos de ensayo o calibración.

Método
Procedimiento
Muestreo
Manipulación
Transporte

Las seis técnicas utilizadas para la validación del método pueden ser una de las siguientes o una combinación de ellas:

- a) la calibración o evaluación del sesgo y precisión utilizando patrones de referencia o materiales de referencia;
- b) una evaluación sistemática de los factores que influyen en el resultado;
- c) la robustez del método de ensayo (nueva en la versión 2017) a través de la variación de parámetros controlados, tales como [ejemplos] la temperatura de la incubadora, el volumen suministrado ;
- d) la comparación de los resultados obtenidos con otros métodos validados;
- e) las comparaciones interlaboratorio;
- f) la evaluación de la incertidumbre de medición de los resultados basada en la comprensión de los principios teóricos de los métodos [modelos matemáticos de corrección] y en la experiencia práctica del desempeño del método de muestreo o ensayo [estudios r&R, gráficos de desarrollo cartas de control, comparaciones, ensayos de aptitud].

*Calibración
Monitoreo
Robustez
Comparación
Interlaboratorio
Incertidumbre*

Cuando se hacen cambios a un método validado, se debe determinar la influencia de estos cambios, y cuando se encuentre que éstos afectan la validación inicial, se debe realizar una nueva validación del método.

Las **características de desempeño** de los métodos validados tal como fueron evaluadas para su uso previsto, deben ser pertinentes para las necesidades del cliente y deben ser coherentes con los requisitos especificados. Las características de desempeño pueden incluir, pero no se limitan a:

- intervalo de medición,
- exactitud, la incertidumbre de medición de los resultados,
- límite de detección, el límite de cuantificación,
- selectividad del método,
- linealidad,
- repetibilidad o la reproducibilidad,
- robustez ante influencias externas o
- sensibilidad cruzada frente a las interferencias provenientes de la matriz de la muestra o del objeto de ensayo y el sesgo.

Características de desempeño, representativas del método

Las características o propiedades representativas del desempeño del método, de acuerdo con el reporte Eurolab (EAL-P11, 1997) y Eurachem (1998) son:

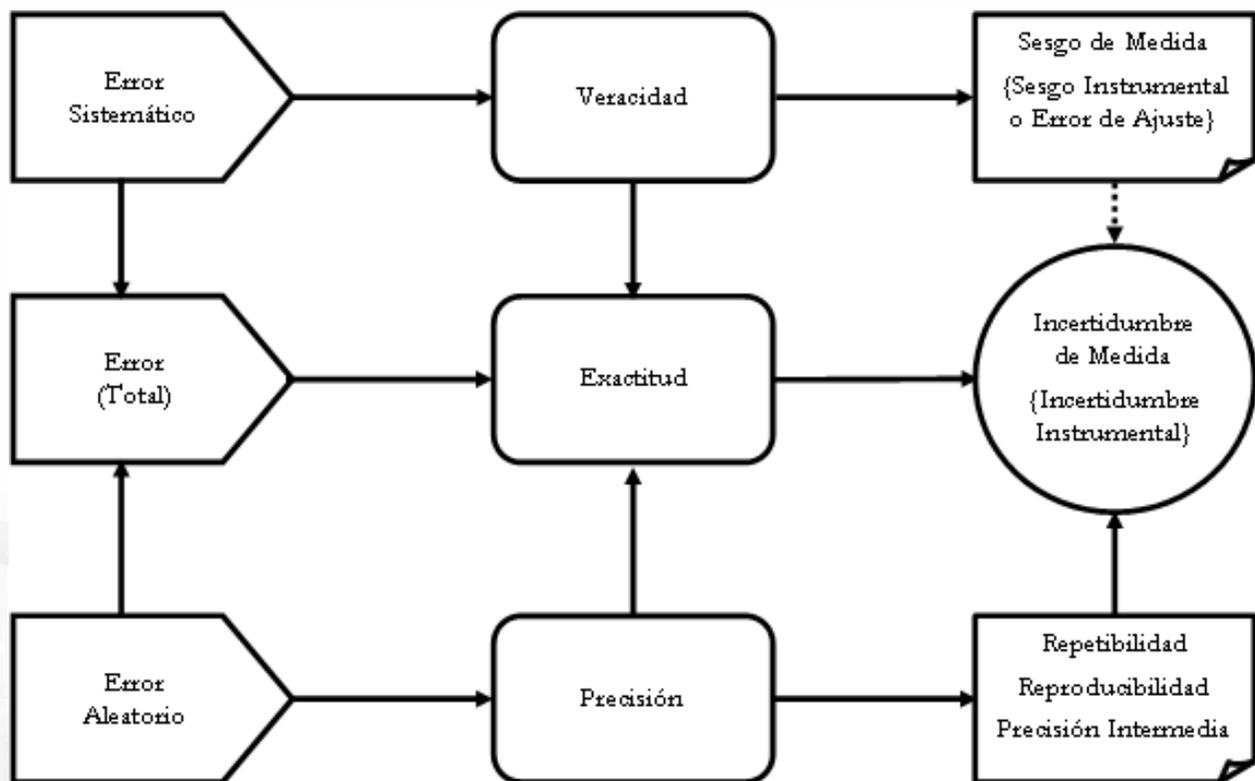
Componente sistemática de veracidad:

El sesgo (instrumental o de medida) (del método o del laboratorio)

Componente aleatoria de precisión:

La dispersión bajo condiciones de repetibilidad, reproducibilidad o precisión intermedia.

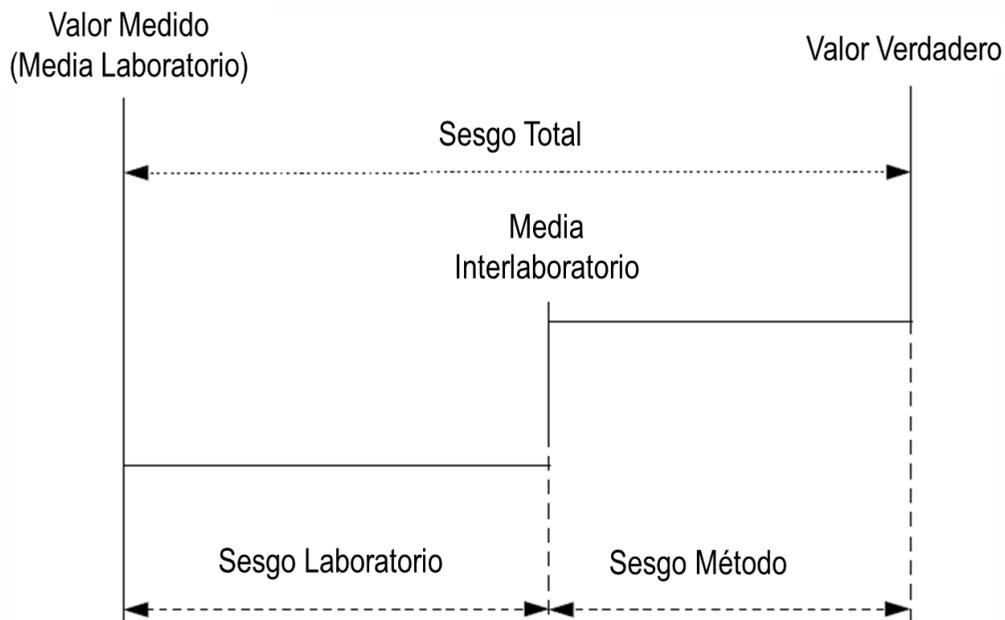
En mayor grado la incertidumbre que incluye la experiencia práctica, representados por los estimados de repetibilidad y reproducibilidad.



Relación entre tipos de Error, características de desempeño cualitativas Exactitud y su expresión cuantitativa Incertidumbre (Menditto, 2007).

Es importante diferenciar los diferentes tipos de sesgos. El sesgo total o simplemente sesgo se obtiene con respecto a un valor verdadero o valor de referencia, cuando este tiene una incertidumbre despreciables, como se espera al conocer el sesgo instrumental o error de ajuste en un proceso de calibración. El sesgo del laboratorio requiere de la comparación entre diferentes laboratorios, ya sea en ensayos de aptitud o específicamente buscando conocer el desempeño del método. En el proceso de validación de métodos, se busca el sesgo del método, el cual es independiente del laboratorio.

En la siguiente figura se presentan los diferentes sesgos, aquí son mostrados en la misma dirección. En realidad esto no siempre es el caso.



$$\text{Sesgo Total} = \text{Sesgo Método} + \text{Sesgo Laboratorio} \text{ (Eurachem, 1998)}$$

PROCEDIMIENTO DE VERIFICACIÓN Y U O VALIDACIÓN

El laboratorio debe conservar los siguientes registros de validación:

- el procedimiento de validación utilizado;
- la especificación de los requisitos;
- la determinación de las características de desempeño del método;
- los resultados obtenidos;
- una declaración de la validez del método, detallando su aptitud para el uso previsto.

Se distinguen dos grandes enfoques el proceso de verificación o validación de métodos: el científico y el comparativo (EAL-P11, 1997).

El enfoque científico requiere la evaluación de la incertidumbre de medida, basada en la información disponible del conocimiento científico usualmente sintetizada en los modelos matemáticos de corrección del mesurando o sus magnitudes, así como incluir la experiencia práctica experimental incluyendo la propiedades representativas del método como la repetibilidad y la reproducibilidad de las mediciones, demostrando que las magnitudes de entrada proveniente del personal de metrología, los instrumentos y el ambiente han sido analizadas y que están bajo control.

El enfoque comparativo, implica comparar los resultados propios con otros métodos ya validados o con otros laboratorios mediante intercomparaciones o ensayos de aptitud, demostrando la validez del método si los sesgos del laboratorio se encuentran dentro de los límites de la incertidumbre objetivo, espera, pretendida o requerida (EAL-P11, 1997).

Estos enfoques son descritos en los diferentes procesos de estimación-evaluación de la incertidumbre de medida, por Eurolab (2007):

Enfoque Científico

Requiere de un modelo matemático y la aplicación de GUM o MCM por el mismo laboratorio.

Enfoque Comparativo

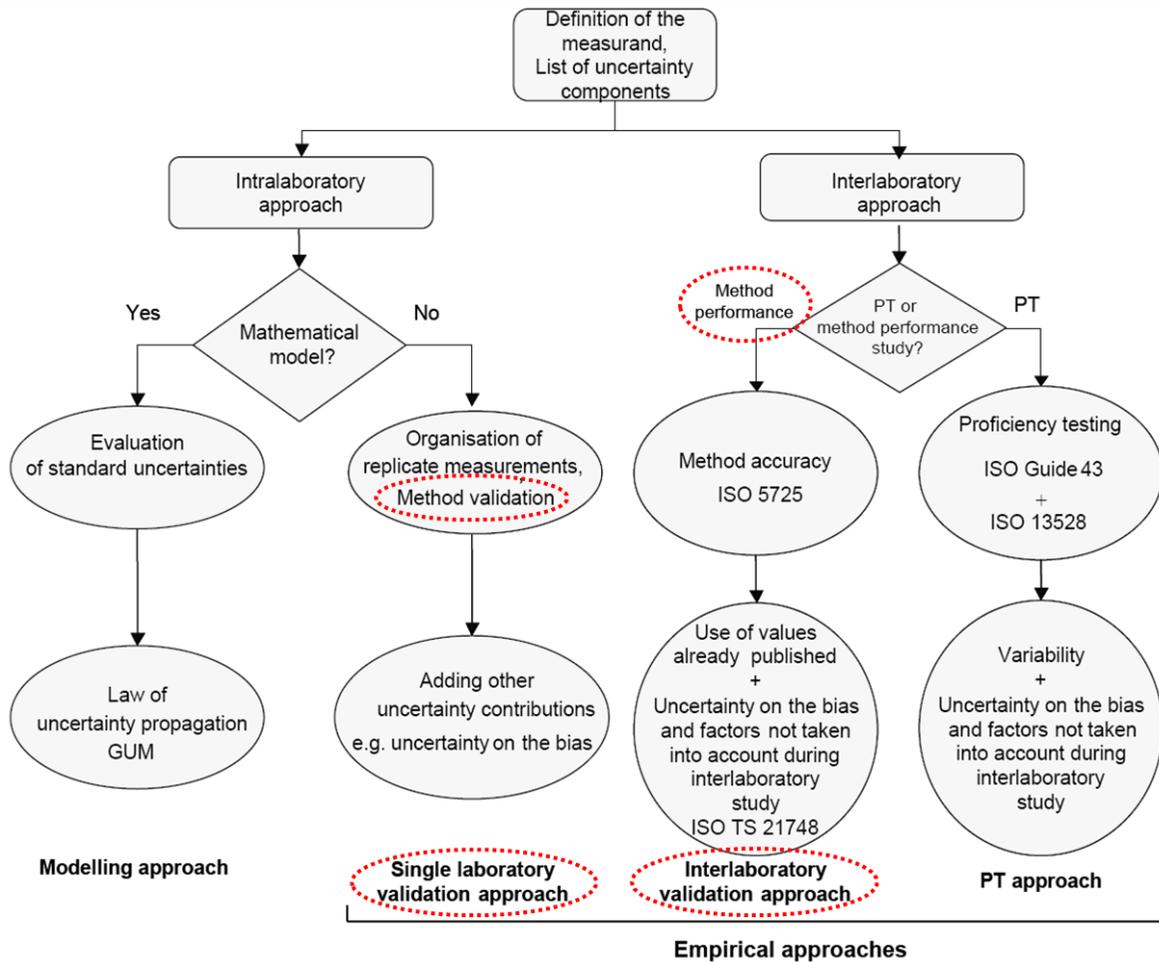
Enfoque con diseño de experimentos DOE o DOX y mediciones replicadas por el mismo laboratorio.

Enfoque evaluación de desempeño del método con ISO 5725 e ISO 21748, participando con otros laboratorios.

Enfoque de ensayos de aptitud ISO/IEC 17043 & ISO 13528, con proveedores de ensayos de aptitud y laboratorios externos

El proceso de verificación y validación de métodos, no termina con el proceso de acreditación inicial, de hecho si revisamos las actividades de aseguramiento de la validez de los resultados, nos daremos cuenta que estas van dirigidas a realizar un monitoreo continuo tanto de los resultados como de los elementos que afectan e interviene en los métodos, mas que las anteriores 'acciones preventivas' (las cuales desaparecen de la versión 2017 de 17025).

*Resultados =
Personal +
Instrumentos +
Instalaciones +
Métodos*



Enfoque de validación del desempeño del método, enfoques alternativos para la evaluación de incertidumbre. (Eurolab, 2007)

Aseguramiento de la validez de los resultados

1. ...hacer el monitoreo-seguimiento de la validez de los resultados... de manera que las tendencias sean detectables... aplicar técnicas estadísticas. Incluyendo:

- uso de materiales de referencia o materiales de control de calidad,
- uso de instrumentación alternativa que ha sido calibrada para proporcionar resultados trazables,
- comprobaciones funcionales de equipos de medición y prueba,
- uso de patrones de trabajo o comprobación con cartas de control, donde aplique,
- comprobaciones intermedias de equipos de medición,
- repetición de ensayos o calibraciones utilizando el mismo o diferente método,
- repetición del ensayo o calibración de elementos retenidos,

- h) correlación de resultados para diferentes características de un elemento,
- i) revisión de resultados reportados,
- j) comparaciones Intralaboratorio,
- k) ensayos de muestra ciegas.

2. Comparación externa con otros laboratorios

- a) participación en ensayos de aptitud; [ISO/IEC 17043],
- b) participación en comparaciones interlaboratorio otras que ensayos de aptitud.

3. Análisis de datos, control y mejora de actividades, criterios de aceptación predefinidos.

REPORTE DE VALIDACIÓN

Una de las principales incidencias de no-conformidad en la evaluación de laboratorios, es el incumplimiento de los requisitos referentes a la selección, verificación y validación de métodos, los laboratorios suelen contar con evidencias e incluso en menor caso con examen o evaluación de las mismas, sin embargo el Reporte de Validación suele estar ausente.

Si visualizamos el proceso de medición para obtener resultados técnicamente válidos, dependiente del personal, los instrumentos, las instalaciones y los métodos, esperamos lo siguiente:

Personal competente, mediante la capacitación y entrenamiento, demostrado mediante diplomas, constancias, calificación e incluso certificación.

Instrumentos trazables de la exactitud requerida, lo cual conocemos gracias a su calibración y u o comparación y evidenciamos con sus Certificados de Calibración y reporte de ensayos de aptitud y comparaciones.

Instalaciones adecuadas y normalizadas que brinden condiciones de referencia las cuales requieren de por ejemplo condiciones ambientales, niveles de ruido, vibración, iluminación o factores de corrección por presión atmosférica, altitud sobre el nivel medio del mar o aceleración de caída libre de la gravedad, todo esto requiere de registro local de las mismas con instrumentos trazables de la exactitud requerida, o mediciones y caracterizaciones, reportando el comportamiento espacial y temporal de estas magnitudes de influencia.

Los instructivos y procedimientos de operación, medición, calibración requieren demostrar ser apropiados y estar actualizados, su validez y normalización mediante verificación, confirmación o validación del método, mostrando un Reporte de Validación junto con evidencias y el examen e las mismas.

Quién:
Personal.
Con Qué:
Instrumentos.
Dónde:
Instalaciones.
Cómo:
Procedimiento.

El Reporte de Validación, debe mantenerse como un documento de registro dinámico, vigente, vivo; en el cual se plasman las diferentes adecuaciones al método, desde su verificación o validación inicial. Es importante describir claramente el tipo de método utilizado para la realización del servicio metrológico: Normalizado o No-Normalizado, dado que de esto dependerá el alcance de la Verificación o Validación.

REPORTE DE Selección, Verificación, VALIDACIÓN DEL MÉTODO (Procedimiento de Medición)

Laboratorio: _____
Procedimiento Número: _____
Procedimiento Nombre: _____

DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO Seleccionado (Procedimiento de Medición 7.2.1.1 nota):

7.2.2 VALIDACIÓN DEL MÉTODO (indicar y referenciar el tipo de método)		MÉTODO DE MEDICIÓN (indicar el tipo de método)		MÉTODO DE CALIBRACIÓN (indicar el tipo de método)	
Método Normalizado:		Directa		Comparación Directa	
Método No-normalizado:		Indirecta		Transferencia	
Normalizado fuera del alcance previsto		Sustitución		Sustitución	
Normalizado con ampliaciones y modificaciones		Diferencial		Equilibrio	
Desarrollado por el laboratorio		Nulo o cero		Escalamiento (Subdivisión)	
-		Relación		Reproducción	
-		6.5.3 b) Referencia o Consenso		Puntos fijos	
Procedimiento/Método de Muestreo:				-	
Procedimiento de Manipulación:				-	
Procedimiento de Transporte:				-	

7.2.1.2 Documentación de soporte: instrucciones, normas, manuales y datos de referencia actualizadas y disponibles. 7.2.1.3 Última versión vigente del método, a menos que no sea apropiado o posible.	
6.3.3 Condiciones ambientales de acuerdo con el método o procedimiento que influyen en la validez de los resultados.	
7.2.1.7 Desviaciones típicas al método documentadas, justificables técnicamente, autorizada, aceptada y solicitada por el cliente (7.1.1 d, 7.1.2, 7.2.1.4). 7.8.2.1 f) Identificación del método; n) adiciones, desviaciones o exclusiones del método. 7.8.1.2 Resultados con información exigida en el método utilizado (7.8.3.1 e).	

En la sección del Reporte de Validación, correspondiente a las técnicas utilizadas para determinar el desempeño del método, se plasma la estrategia de verificación o validación detallando las actividades específicas de: calibración de instrumentos, monitoreo y evaluación sistemática de magnitudes de entrada y de influencia, estudios de robustez (reproducibilidad), comparación de métodos e interlaboratorio incluyendo experimentos de

precisión (r&R) y estudios de sesgo, combinando todas las fuentes de incertidumbre, tanto teóricas como experimentales en el presupuesto correspondiente.

TECNICAS PARA DETERMINAR EL DESEMPEÑO DEL METODO	
a) la calibración o evaluación del sesgo y precisión utilizando patrones de referencia o materiales de referencia; (calibración usando patrones de referencia y u o materiales de referencia)	
b) una evaluación sistemática de los factores que influyen en el resultado; (evaluación sistemática de los factores que tienen influencia en los resultados)	
c) la robustez del método de ensayo a través de la variación de parámetros controlados, tales como la temperatura de la incubadora, el volumen suministrado;	
d) la comparación de los resultados obtenidos con otros métodos validados; (comparación de resultados alcanzados con otros métodos)	
e) las comparaciones interlaboratorio; (comparaciones entre laboratorios)	
f) la evaluación de la incertidumbre de medición de los resultados basada en la comprensión de los principios teóricos de los métodos (conocimiento científico modelo matemático) y en la experiencia práctica del desempeño del método de muestreo o ensayo [r&R, CC, PT].	

Las evidencias estadísticas de resultados de desempeño del método, ya sean tan solo las representativas como incertidumbre, sesgo, repetibilidad, reproducibilidad; o ampliadas tales como linealidad, límites de detección, cuantificación, ...; deberán evaluarse con respecto a sus requisitos objetivos, para una clara demostración conformidad y de adecuación para el propósito o para su uso previsto.

RESULTADOS DE LA Verificación VALIDACIÓN:

CARACTERÍSTICAS DEL DESEMPEÑO/RENDIMIENTO DEL MÉTODO					
Característica	Espec. Requisito/Objetivo	Resultado	Referencia	Fecha	Eval. Conformidad
Incertidumbre de medición:					
Exactitud:					
Veracidad:					
Sesgo (bias)					
Precisión:					
Repetibilidad					
Precisión intermedia:					
Estabilidad & Consistencia					
Reproducibilidad					

Intervalo -rango- de medición:					
Linealidad Intervalo:					
Trabajo					
Lineal					
Sensibilidad					
Robustez:					
Selectividad:					
Límite de detección:					
Límite de cuantificación:					
Recuperación:					
Sensibilidad cruzada:					
-					
Validación inicial (fecha) (7.2.1.5)					
7.2.2.2 Cambios al método validado, influencia afectación de estos cambios, ¿se debe realizar una nueva validación del método?					
7.2.2.4 e) Declaración de la validez del método, detallando su aptitud para el uso previsto.					

Persona autorizada para 6.2.6 a) desarrollar, modificar, verificar y validar métodos

Responsable del laboratorio:

Aprobó y Autorizó:

Fecha reporte de validación:

Fecha aprobación autorización:

Referencia: MetAs MA-FORM038-rr/aa

Extracto de Reporte de Verificación o Validación de Método, típico

REFERENCIAS (NORMALIZACIÓN)

- EAL-P11. (1997). *Validation of Test Methods, General principles and concepts*. 1997-febrero. EAL European cooperation for Accreditation of Laboratories & Eurolab.
- Eurachem Guide. (1998). *The Fitness for Purpose of Analytical Methods...* 1998-diciembre.
- Eurolab, Technical Report No. 1/2007. (2007). *Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation*. 2007-marzo.
- GIDEP. (2022). *Metrology Data*. Government-Industry Data Exchange Program. <https://www.gidep.org/data/metrology/metrology.htm> (2022-07-04)
- ISO/IEC 17025:2017. (2017). *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*. 2017-noviembre.
- ISO/IEC Guide 99:2007. (2010). *International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms* (VIM, 3th ed). Fecha publicación: 2007-12, versión corregida (en): 2010-09. equivalente a JCGM 200:2008.
- LGM-15-03. (2018). *Análisis de riesgo y reglas de decisión en la evaluación de la conformidad para ISO/IEC 17025:2017*. 2018-junio. MetAs, Metrólogos Asociados.
- Menditto, Antonio. Patriarca, Marina y Magnusson, Bertil. (2007). *Understanding the meaning of accuracy, trueness and precision*. Journal: Accreditation and Quality Assurance. v12, pp 45-47.