



VALIDACIÓN O VERIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO NORMALIZADOS MODIFICADOS Y/O NO NORMALIZADOS

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: P-7.2-03

Versión: 19

Revisó: Subdirector de Planeación y O.T.

Aprobó: Director General (E).

Fecha: 09 de Julio de 2025

Fecha: 09 de Julio de 2025

Resolución: 100-03-10-23-1338-2025

Páginas: 1 de 16

1. OBJETIVO

Validar o verificar los métodos de ensayo normalizados modificados y/o no normalizados.

2. ALCANCE

Comprende desde la prevalidación de métodos de ensayo normalizados modificados y/o no normalizados hasta la aprobación de los informes de verificación, prevalidaciones y validaciones, incluyendo la validación o verificación de métodos de ensayo normalizados modificados y/o no normalizados, la actualización de validación de métodos de ensayo normalizados modificados y/o no normalizados por cambios o modificaciones aplicadas al método, la revisión quimiométrica periódica y la revisión de los informes de verificaciones, prevalidaciones y validaciones.

Nota: cuando el método de referencia no contemple la matriz de interés, se debe realizar el ejercicio de robustez para garantizar la validez de los resultados.

3. REFERENCIAS

- P-7.2-01: SELECCIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO.
- D-7.1-01: OFERTA DE SERVICIOS DEL LABORATORIO DE ANÁLISIS DE AGUAS.
- P-MJ-01: CONTROL DE DOCUMENTOS Y REGISTROS.
- American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. In: Lipps Wc, Braunt-Howland Eb, Baxter Te. Eds. Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, 24th Ed. Washington Dc: APHA PRESS;2023
- "Métodos Analíticos Adecuados a su Propósito", Guía de Laboratorio para la Validación de Métodos y Temas Relacionados, Segunda Edición, CENAM, noviembre de 2005.
- ASTM E1169 – 21.
- "Vocabulario Internacional de Metrología, Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados" (VIM), tercera edición, 2012.
- Norma ISO 5725-1:2023

4. DEFINICIONES

- **VALIDACIÓN:** Es la confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto.
- **VERIFICACIÓN:** aporte de evidencia objetiva de que un elemento dado satisface los requisitos especificados.
- **ANALITO:** La especie química cuya concentración se desea conocer.

- **EXACTITUD:** Es la proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y el valor de referencia aceptado, que involucra una serie de componentes aleatorios y errores sistemáticos o sesgo, los cuales se representan por los parámetros de desempeño conocidos como veracidad y precisión.
- **Veracidad:** proximidad entre la media de un número infinito de valores medidos repetidos y un valor de referencia, la cual se expresa en términos de sesgo y recuperación.
- **SESGO:** La diferencia entre el valor esperado de los resultados de prueba y un valor de referencia aceptado

$$Sesgo = \bar{x}_i - x_{referencia}$$

Donde:

$\bar{x}_i$ = promedio de n mediciones.

$x_{referencia}$ = valor de referencia aceptado.

- **RECUPERACIÓN:** Es la capacidad que tiene un procedimiento analítico para determinar cuantitativamente una especie química que ha sido adicionada a una muestra. Se expresa como Porcentaje (%R) y se calcula como:

$$\%R = \left[\frac{LFM * (A + B) - (C * D)}{E * A} \right] * 100$$

Donde:

LFM = Concentración de la matriz fortificada,

A = Alícuota adicionada del patrón (Spike vol)

B = Volumen de muestra (Sample vol)

C = Concentración muestra sin fortificar (sample conc)

D = Volumen total matriz fortificada

E = Concentración del patrón (Spike slution conc)

Nota: el volumen adicionado NO debe aumentar el volumen de la muestra en más del 5%. *Cuando el análisis queda registrado en un software, y este puede calcular automáticamente la recuperación de la muestra, se acepta dicho valor como cálculo de recuperación para efectos de registro de evidencia.*

- **Precisión:** proximidad entre las indicaciones o los valore medidos obtenidos en mediciones repetidas de un mismo objeto.
- **Precisión intermedia:** evalúa la dispersión de resultados entre ensayos mutuament independientes aplicando el mismo método a la misma muestra, en el mismo laboratorio bajo diferentes condiciones (diferentes días, analistas o equipos).

- **DESVIACIÓN ESTÁNDAR (s):** es una medida de dispersión para variables de razón (variables cuantitativas o cantidades racionales) y de intervalo.
- **CURVA DE CALIBRACIÓN:** Representación gráfica de la señal de medición como una función de la cantidad de analito.
- **LINEALIDAD:** es la proporcionalidad entre la concentración y la señal producida por el instrumento y se debe verificar si en el laboratorio se cumple el intervalo y tipo de linealidad que reporta la literatura del método.
Nota: Cuando la señal no es directamente proporcional a la concentración, por ejemplo, al trabajar con pH u otros electrodos de ion selectivo, se requiere una transformación de los valores medidos antes de que se pueda evaluar la linealidad.
- **LÍMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL (LDI):** Este parámetro se estima con el procesamiento de diez alícuotas de blancos. Una vez calculada la desviación estándar de la lectura de los anteriores 10 blancos, se aplica el factor 1,645 esto dará como resultado el LDI:

$$LDI = 1,645 * s_{Bk}$$

El LDI no aplica para los métodos *volumétricos* y *potenciométricos* de acuerdo a lo establecido en el Standard methods for the examination of water and wastewater ed 24. Indicados en la Tabla: 2020 B.

- **LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN (MRL):** También conocido como *mínimo valor de reporte*, es la menor concentración de un analito que puede determinarse con una precisión (repetibilidad) y una exactitud aceptables bajo las condiciones establecidas de la prueba.

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%.

Analizar estándares entre 25 y 50 veces el LDI.

$$MRL = 25 \sim 50 * LDI$$

También se puede partir de una concentración conocida estable y empezar mediante ensayos sucesivos a bajarla hasta que la señal del ruido no permita cumplir con los criterios de aceptación.

- **Robustez:** es una medida de su capacidad para permanecer no afectado por pequeñas variaciones premeditadas de los parámetros del método.

5. DESARROLLO

Tabla 1. Validación de Métodos de Ensayo Normalizados Modificados y/o No Normalizados

No.	Responsables	Descripción de la Actividad
01	El Responsable (La) del Área y/o Analistas Delegados	Prevalidación de Métodos de Ensayo Normalizados Modificados y/o No Normalizados Prevalida el (los) método(s) de ensayo en el formato “R-7.2-02: VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO NORMALIZADOS MODIFICADOS Y/O NO NORMALIZADOS”. Notas: • El alcance de las matrices acuosas a utilizar (marina, subterránea, superficial, lluvia, residual, etc.) depende de la oferta del método en el laboratorio; se deben realizar los ejercicios con todas las matrices que apliquen al método y se oferten a los clientes. La inclusión de la matriz residual es de suma importancia ya que se puede evaluar el desarrollo del ensayo ante la presencia de interferencias. • La prevalidación del (los) método(s) de ensayo normalizados modificados y/o no normalizados del área fisicoquímica y microbiológica se realiza(n) con base en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. 24 ed. 2023 y la guía “<i>Métodos Analíticos Adecuados a su Propósito</i>”, Guía de Laboratorio para la Validación de Métodos y Temas Relacionados, Segunda Edición, CENAM, noviembre de 2005. - Los datos primarios de la prevalidación se registran en la respectiva carpeta de captura de datos del método. Para el desarrollo de los cálculos de utilizará el formato “R-7.2-02: VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO NORMALIZADOS MODIFICADOS Y/O NO NORMALIZADOS”. - Calibración Instrumental: Realizar tanto calibración como mantenimiento según instrucciones del fabricante. Verificar el desempeño del instrumento según instrucciones del método. - Calibración Inicial: Realizar calibración inicial usando al menos 3 concentraciones de estándares para curvas lineales; al menos 5 concentraciones de estándares para curvas no lineales, o según lo especifique el método. Mínimo 4 curvas. - Antes de iniciar el proceso de validación se debe establecer (si aplica) por mediciones programadas: ▪ Límite de detección instrumental (LDI). ▪ Límite de cuantificación (MRL).

No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		▪ Intervalo de trabajo. ▪ Intervalo lineal. ▪ Sensibilidad. ▪ Variables instrumentales o metodológicas particulares del Laboratorio que puedan afectar el proceso de medición. - LDI: Analizar 10 blancos de muestra independientes medidos una vez cada uno, calcular la desviación estándar y multiplicarla por el factor 1,645. - MRL: Analizar 10 estándares entre 25 y 50 veces el LDI, el criterio de aceptación depende de la naturaleza del método, lo referenciado en el Standard Methods ed 24 en los capítulos de calidad o la norma standard que contenga el método, este varía entre 10%, 30% y 50% para porcentaje de error relativo y 20% de coeficiente de variación. También se puede partir de una concentración conocida estable y empezar mediante ensayos sucesivos a bajarla hasta que la señal del ruido no permita cumplir con los criterios de aceptación. - Intervalo de trabajo: Se establece de la siguiente manera, en el extremo inferior del intervalo de concentración, los factores limitantes son los valores del límite de detección y/o cuantificación, en el extremo superior del intervalo de concentración, las limitaciones serán impuestas por varios efectos que dependen del sistema de respuesta del instrumento o de las necesidades del laboratorio. Analizar la calibración inicial, graficar la respuesta de medición (eje y) contra la concentración del mesurando (eje x). Evaluar visualmente para determinar el intervalo de linealidad, teniendo en cuenta que debe cumplir con un coeficiente “r” (correlación) mayor o igual a 0,995 para curvas lineales y mayor o igual a 0,990 para curvas cuadráticas. El dato inicial (más bajo) de la recta obtenida (curva de pre-validación) será el referente para iniciar el proceso de evaluación de los límites de detección instrumental y cuantificación del método. Esto aplica para los métodos que requieran curva de calibración. Compare cada punto de calibración con la curva y vuelva a calcular su concentración. Si los valores recalculados no están dentro de los criterios de aceptación del método, hasta el doble del MRL $\pm$ 50%; entre 3 y 5 veces el MRL $\pm$ 20%; o más de 5 veces el MRL $\pm$ 10%, identifique la fuente de cualquier valor atípico(s) y corrija antes de usarla. Estos criterios pueden variar según Standard Methods. - Sensibilidad: Calcular la pendiente de la curva del intervalo lineal. El desarrollo de los métodos analíticos

No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		debe ajustarse (cuando aplique) lo más posible al Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. 24 ed. 2023 bajo las condiciones instrumentales y ambientales del laboratorio de aguas. No aplica para métodos volumétricos y gravimétricos.
02	El (La) Responsable del Área y/o analistas delegados	Validación o Verificación de Métodos de Ensayo Normalizados Modificados y/o No Normalizados Valida o verifica los Métodos de Ensayo Normalizados Modificados y/o No Normalizados Notas: • Para la validación se utiliza el formato “R-7.2-02: VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO NORMALIZADOS MODIFICADOS Y/O NO NORMALIZADOS” teniendo en cuenta lo siguiente: - La validación del (los) método(s) de ensayo normalizados modificados y/o no normalizados del área fisicoquímica y microbiológica se realiza(n) con base en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. 24 ed. 2023 y la guía “<i>Métodos Analíticos Adecuados a su Propósito</i>”, Guía de Laboratorio para la Validación de Métodos y Temas Relacionados, Segunda Edición, CENAM, noviembre de 2005”. - Los datos primarios de la validación se registran en la respectiva carpeta de captura de datos del método. - Para la evaluación de la precisión y veracidad se realizan 7 ensayos por duplicado de una serie (cuando aplique) que contenga: blanco, MRL si aplica, punto medio aproximado de la curva de trabajo, punto equivalente al 90% de la curva lineal, muestras matrices a evaluar, muestras a evaluar adicionadas entre el 20 y 50 por ciento del intervalo de trabajo (el volumen de la adición no debe ser mayor del 5% del volumen total de la muestra) y patrones certificados (si se cuenta con ellos). - Cada serie de muestras se analiza en el mismo día corriendo todas las muestras en forma paralela. Este proceso no debe superar 7 días hábiles ni tener espacios de más de 3 días entre ensayos. - Es recomendable que el proceso se inicie siempre a la misma hora y lo suficientemente temprano para que se pueda cumplir con el análisis de todas las muestras, teniendo en cuenta que pueden ocurrir imprevistos. - Todo el material de vidrio deberá ser lavado previamente de acuerdo con el procedimiento establecido en el Laboratorio para cada uso y deberá

No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		ser sometido a la revisión o control de calidad correspondiente. - El procedimiento será efectuado en conjunto por un mínimo de 2 analistas. - Rechazo de datos: Test de Grubbs, calcular el estadístico T para los valores extremos de cada grupo (máximo y mínimo), de la siguiente manera: ▪ Ordenar los datos de menor a mayor: $[x_{bajo}, x_2, x_3, \dots, x_{alto}]$ ▪ Calcular x_{prom} y s ▪ Calcular T como: $T = (x_{alto} - x_{prom})/s$ para un valor alto; $T = (x_{prom} - x_{bajo})/s$ para un valor bajo ▪ Si el T calculado es mayor que el T de tablas (para un nivel de confianza del 95% y n mediciones), el dato se rechaza. De acuerdo con el tamaño pequeño de las poblaciones que se van a manejar, se pueden rechazar como máximo dos datos; si la aplicación del criterio de rechazo da positiva para más de dos datos, el ensayo debería repetirse. - Precisión: Calcular la desviación estándar (s) y el coeficiente de variación (CV) para cada “muestra” tomando todos los datos de los 7 ensayos (14 datos). - Sesgo: Calcular para cada estándar y para el patrón certificado el porcentaje de error relativo en cada determinación. Determinar para cada tipo de “muestra” el valor promedio de error relativo. - Porcentaje de Recuperación: Calcular el %R para cada nivel de concentración adicionado. Reportar indicando la recuperación para estándares y la recuperación para muestras reales. <u>Lineamientos y criterios para cuando las recuperaciones no cumplan con los criterios de aceptación:</u> De manera general existe la probabilidad en medio del proceso de validación, prevalidación y/o verificación, de que al momento de desarrollar una matriz adicionada bajo las condiciones normales de experimentación en el Laboratorio de Análisis de Aguas de Corpouraba, se obtengan porcentajes de recuperación por fuera de los criterios de aceptación, por tanto se establece como lineamiento base para enfrentar dichas situaciones el “<i>darle el manejo apropiado a todas las posibles interferencias ligadas al analito de interés bajo la metodología y condiciones de trabajo específicas que se manejen, buscando así disipar el efecto matriz que enmascare la recuperación del analito adicionado</i>”. Para lograr lo antes mencionado se deben usar

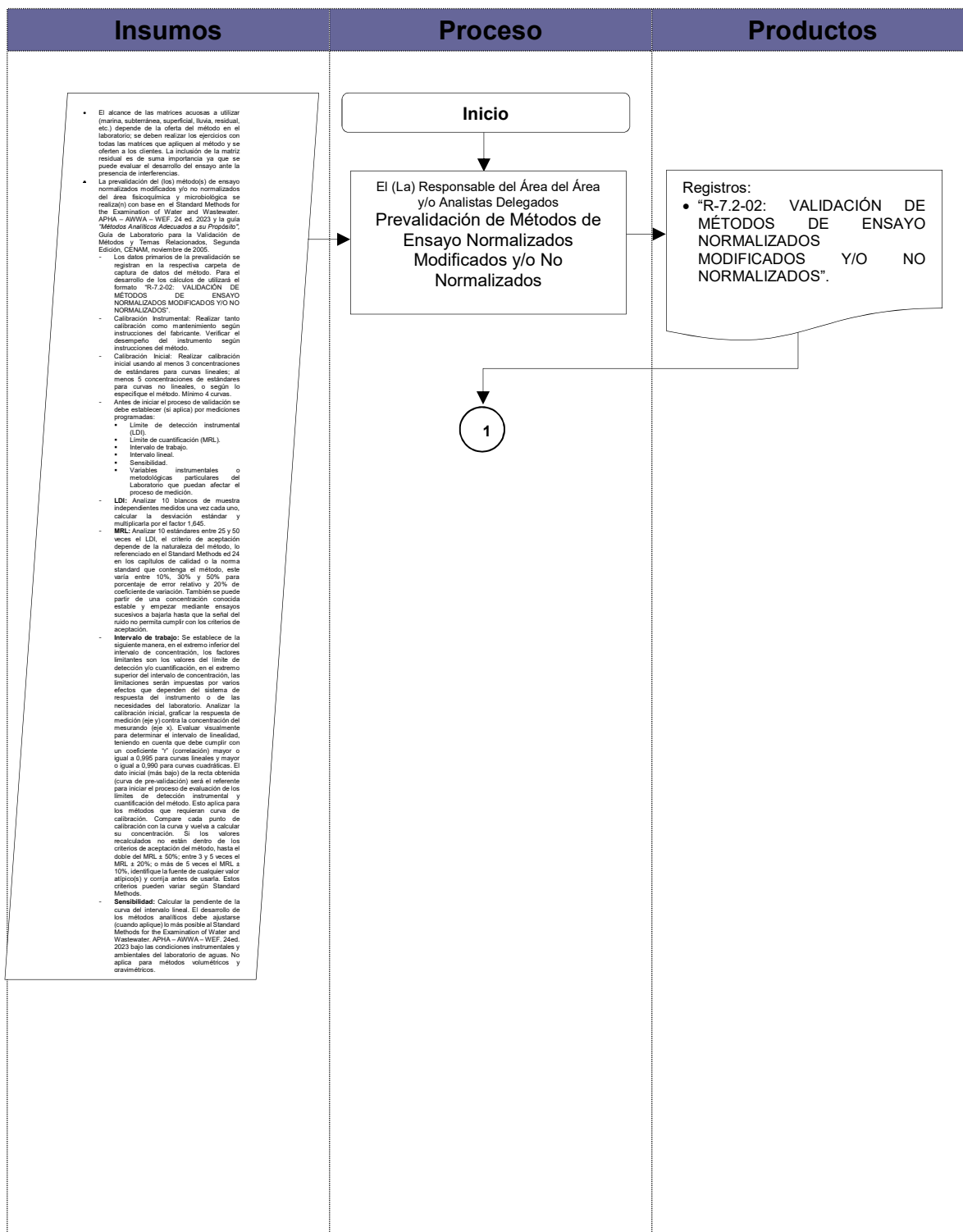
No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		herramientas como: diluciones, incrementar las concentraciones o volúmenes usados, practicar algún tipo de digestión previa, usar adición estándar, modificar alguna variable de valoración o adicionar algún reactivo que apacigüe el efecto de sustancias extrañas como interferentes específicas, dependiendo de las particularidades propias de cada procedimiento. Esto con el fin de lograr obtener cumplimiento en los porcentajes de recuperación que serán evidencia base y objetivo de evaluación constante al aplicar las metodologías cobijadas por el sistema de gestión de calidad. Una vez establecida la forma en que se deba realizar la experimentación y se dé cumplimiento con los criterios de aceptación para los porcentajes de recuperación, es importante tener en cuenta lo indicado en la actividad N°5 del procedimiento de control de calidad P-7.7-01 <i>“Cuando se presente un % de recuperación insatisfactorio, deberá repetirse el ensayo del mismo por duplicado en un rango de veinticuatro (24) horas, tomando en cuenta las interferencias y todas las medidas posibles hasta que cumpla un óptimo resultado.”</i> - Robustez (si aplica): Una medida de la efectividad del método analítico es qué tan buen desempeño se mantiene aún sin una implementación perfecta. En cualquier método habrá ciertas etapas las cuales, si no se llevan a cabo con suficiente cuidado, tendrán un efecto severo sobre el desempeño del método y pueden dar como resultado que definitivamente, el método no funcione. Estas etapas deben identificarse como parte del desarrollo del método y si es posible, debe evaluarse su influencia sobre el desempeño del mismo por medio de “pruebas de robustez”. Esto incluye aplicar variaciones deliberadas al método y estudiar el efecto resultante en el desempeño. Se aplica la norma ASTM E1169 – 14 para su desarrollo. • Para la verificación se tiene en cuenta lo siguiente: - Todo ensayo realizado sin modificaciones o con modificaciones no significativas en el fundamento del método según el Standard Methods y/o referencia avalada no necesitará validación, se le realizará una verificación básica de las propiedades quimiométricas del ensayo tales como: intervalo de trabajo, intervalo lineal, límite de cuantificación y exactitud, para ello utilizará el formato guía “R-7.2-10: PLAN DE VERIFICACIÓN DE MÉTODO DE ENSAYO”, los datos

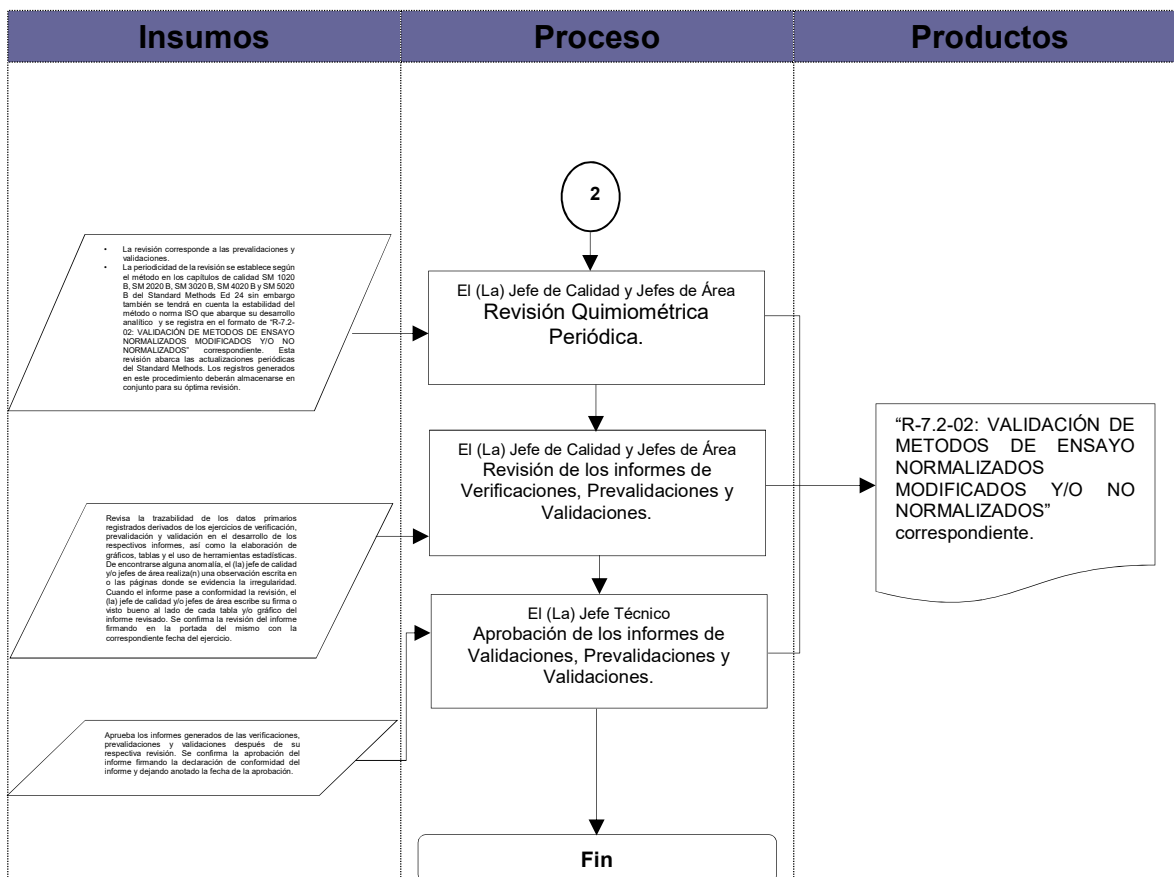
No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		obtenidos se registrarán en la respectiva carpeta de captura de datos del método, para el desarrollo de los cálculos y el correspondiente informe se utilizará el formato “R-7.2-11: VERIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO”. Se verifica también todo método al que se le ha cambiado un equipo clave en el fundamento del método, el procedimiento se realiza igual a lo anterior citado. El alcance de las matrices acuosas a utilizar (marina, subterránea, superficial, lluvia, residual, etc.) depende de la oferta del método en el laboratorio; se deben realizar los ejercicios con todas las matrices que apliquen al método y se oferten a los clientes. La inclusión de la matriz residual es de suma importancia ya que se puede evaluar el desarrollo del ensayo ante la presencia de interferencias.
03	El Responsable (La) del Área	Actualización de Validación de Métodos de Ensayo Normalizados Modificados y/o No Normalizados por Cambios o Modificaciones Aplicadas al Método. Actualiza la Validación de Métodos de Ensayo Normalizados Modificados y/o No Normalizados por cambios o modificaciones aplicadas al método. Nota: El registro de la actualización se realiza en el formato “R-7.2-02: VALIDACIÓN DE METODOS DE ENSAYO NORMALIZADOS MODIFICADOS Y/O NO NORMALIZADOS”.
04	El (La) Jefe de Calidad y Jefes de Área	Revisión Quimiométrica Periódica Revisa la quimiometría periódica. Notas: - La revisión corresponde a las prevalidaciones y validaciones. - La periodicidad de la revisión se establece según el método en los capítulos de calidad SM 1020 B, SM 2020 B, SM 3020 B, SM 4020 B y SM 5020 B del Standard Methods Ed 24 sin embargo también se tendrá en cuenta la estabilidad del método o norma ISO que abarque su desarrollo analítico y se registra en el formato de “R-7.2-02: VALIDACIÓN DE METODOS DE ENSAYO NORMALIZADOS MODIFICADOS Y/O NO NORMALIZADOS” correspondiente. Esta revisión abarca las actualizaciones periódicas del Standard Methods. Los registros generados en este procedimiento deberán almacenarse en conjunto para su óptima revisión.
05	El (La) Jefe de Calidad y/o Jefes de Área	Revisión de los informes de Verificaciones, Prevalidaciones y Validaciones Revisa(n) los informes de Verificaciones, Prevalidaciones y Validaciones.

No.	Responsables	Descripción de la Actividad
		Nota: • Revisa la trazabilidad de los datos primarios registrados derivados de los ejercicios de verificación, prevalidación y validación en el desarrollo de los respectivos informes, así como la elaboración de gráficos, tablas y el uso de herramientas estadísticas. De encontrarse alguna anomalía, el (la) jefe de calidad y/o jefes de área realiza(n) una observación escrita en o las páginas donde se evidencia la irregularidad. Cuando el informe pase a conformidad la revisión, el (la) jefe de calidad y/o jefes de área escribe su firma o visto bueno al lado de cada tabla y/o gráfico del informe revisado. Se confirma la revisión del informe firmando en la portada del mismo con la correspondiente fecha del ejercicio.
06	El (La) Jefe Técnico y/o Jefe de Calidad	Aprobación de los informes de Verificación, Prevalidaciones y Validaciones Abrueban los informes de Verificación, Prevalidaciones y Validaciones. Nota: • Aprueba los informes generados de las verificaciones, prevalidaciones y validaciones después de su respectiva revisión. Se confirma la aprobación del informe firmando la declaración de conformidad del informe y dejando anotado la fecha de la aprobación.

6. FLUJOGRAMA

Tabla 2. Flujoograma de la Validación de Métodos de Ensayo Normalizados Modificados y/o No Normalizados





7. REGISTROS

Identificación		Almacenamiento, Protección y Recuperación		Acceso	Retención	Disposición Final
COD	Nombre	Ubicación	Clasificación	Personal Autorizado	Tiempo	Método
R-7.2-02	VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO NORMALIZADOS MODIFICADOS Y/O NO NORMALIZADOS	Carpeta en las instalaciones del Laboratorio de Análisis Aguas.	Número y Nombre	Líderes de Proceso o funcionarios autorizados por ellos. Auditores Internos.	2 años	Archivo Central
R-7.2-04	REGISTRO DE DATOS PRIMARIOS PREVALIDACIONES Y/O VALIDACIONES	Carpeta en las instalaciones del Laboratorio de Análisis Aguas.	Número y Nombre	Líderes de Proceso o funcionarios autorizados por ellos. Auditores Internos.	2 años	Archivo Central
R-7.2-10	PLAN DE VERIFICACIÓN DE MÉTODO DE ENSAYO	Carpeta en las instalaciones del Laboratorio de Análisis Aguas.	Número y Nombre	Líderes de Proceso o funcionarios autorizados por ellos. Auditores Internos.	2 años	Archivo Central
R-7.2-11	VERIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO	Carpeta en las instalaciones del Laboratorio de Análisis Aguas.	Número y Nombre	Líderes de Proceso o funcionarios autorizados por ellos. Auditores Internos.	2 años	Archivo Central

8. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
26/12/2006	03-01-02-002115	01	Aprobación inicial con código y nombre "P-5.4-03: VALIDACIÓN DE MÉTODOS" en el Sistema de Gestión de Calidad del Laboratorio de Análisis de Aguas.
17/11/2009	300-03-10-23-1527	02	El contenido del procedimiento con ajustes, se pasó a la estructura del Sistema de Gestión Corporativo de CORPOURABA con código y nombre "P-5.4-03: VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO NORMALIZADOS MODIFICADOS Y/O NO NORMALIZADOS", ya que el Laboratorio de Análisis de Aguas se incorporó como un proceso de apoyo a dicho sistema.
12/10/2010	300-03-10-23-1426	03	Se modifica el logo de La Corporación y se incluye el ítem control de cambios.
25/06/2011	300-03-10-23-0686	04	Se incluyó dentro de las referencias y las actividades del procedimiento el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. 21 ed. 2005.
09/04/2012	300-03-10-23-0357	05	Se incluyó la actividad de actualización de validación de métodos de ensayo normalizados modificados y/o no normalizados por cambios o modificaciones aplicadas al método.
11/10/2013	300-03-10-23-1727	06	Se incluye la actividad " <i>Revisión Quimiométrica Periódica</i> " y las actualizaciones del Standard Methods.
10/04/2014	300-03-10-23-0523	07	Se escribe en la nota del ítem 4 que los registros generados en este procedimiento se deben guardar en conjunto para su óptima revisión, además se fortalece la gestión incluyendo a los jefes de área y disminuyendo el tiempo de revisión bibliográfica.
20/06/2014	300-03-10-23-0842	08	En el ítem de referencias, se eliminó la relacionada al protocolo de validación del IDEAM y se incluyó la de los Métodos Analíticos Adecuados a su Propósito del CENAM; se incluyen las definiciones " <i>Validar</i> ", " <i>Analito</i> ", " <i>Exactitud</i> ", " <i>Sesgo</i> ", " <i>Desviación Estándar (s)</i> ", " <i>Curva de Calibración</i> ", " <i>Recuperación</i> ", " <i>Límite de Detección</i> ", " <i>Límite de Cuantificación</i> "; en las actividades del procedimiento se elimina como responsable al Jefe de Calidad y se incluyen notas relacionadas al desarrollo paso a paso de la prevalidación y la validación.
04/05/2016	300-03-10-23-0486	09	Se incluye en la actividad 02: VERIFICACIÓN Todo ensayo realizado sin modificaciones o con modificaciones no significativas en el fundamento del método según el Standard Methods y/o referencia avalada no necesitará validación, se le realizará una verificación básica de las propiedades quimiométricas del ensayo tales como: intervalo de trabajo, intervalo lineal, límite de cuantificación, precisión, exactitud y recuperación de adiciones, para ello utilizará el formato guía "R-5.4-10: PLAN DE VERIFICACIÓN DE MÉTODO DE ENSAYO", los datos obtenidos se registrarán en la respectiva carpeta de captura de datos del método, luego se elabora el informe del ejercicio en el formato "R-5.4-11: VERIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO". Se verifica también todo método al que se le ha cambiado un equipo clave en el fundamento del método, el procedimiento se realiza igual a lo anterior citado.
05/10/2016	300-03-10-23-1303	10	Se actualiza el logo corporativo.
22/12/2016	300-03-10-23-1816	11	Se especifica en los numerales 1 y 2, validación y verificación: El alcance de las matrices acuosas a utilizar (marina, subterránea, superficial, lluvia, residual, etc.) depende de la oferta del método en el laboratorio, se deben realizar los ejercicios con todas las matrices que apliquen al método y se oferten a los clientes. La inclusión de la matriz residual es de suma importancia ya que se puede evaluar el desarrollo del ensayo ante la presencia de interferencias.

06/10/2017	300-03-10-23- 01270	12	Se documenta los criterios de aceptación del LCM para las validaciones y verificaciones del laboratorio.
10/11/2017	300-03-10-23-1429	13	Se crea el numeral 5 donde se detalla el proceso de revisión de los informes de verificación, pre-validación y Validación. Se crea el numeral 6 donde se detalla el proceso de aprobación de los informes de verificación, pre-validación y validación.
27/05/2019	300-03-10-23-0615	14	Se cambia a lo largo del procedimiento las siglas para referenciar el Límite de cuantificación del método de LCM por MRL. En el numeral 2 – Porcentaje de recuperación, se establecen lineamientos y criterios para cuando las recuperaciones no cumplan con los criterios de aceptación al momento de desarrollar los ensayos, especificando lo siguiente: "Darle el manejo apropiado a todas las posibles interferencias ligadas al analito de interés bajo la metodología y condiciones de trabajo específicas que se manejen, buscando así disipar el efecto matriz que enmascare la recuperación del analito adicionado".
19/11/2019	300-03-10-23-1429	15	Se cambia la codificación del procedimiento pasando de P-5.4-03 a P-7.2-03 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017, así como también se modifican los demás procedimientos, documentos y formatos referenciados en éste.
18/07/2020	300-03-10-23-0792	16	Se elimina la posibilidad de usar los aplicativos validar 1.1 y kalibo. Se elimina la determinación del LDM. Se actualizan definiciones y criterios ajustados al Standard Methods ed 23. Se incluye el uso de la norma ASTM E1169 – 14 para el desarrollo de la robustez. Se elimina el uso del formato "7.2-04: REGISTRO DE DATOS PRIMARIOS PREVALIDACIONES Y/O VALIDACIONES" para la captura de datos primarios correspondientes a las validaciones registrándolos mejor en sus formatos de captura de datos. Se elimina el formato "R-7.2-01: PREVALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO NORMALIZADOS MODIFICADOS Y/O NO NORMALIZADOS" debido a que se compilan los datos en el formato "R-7.2-02: VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO NORMALIZADOS MODIFICADOS Y/O NO NORMALIZADOS".
06/10/2020	300-03-10-23-1125	17	Se elimina que la revisión de los informes de verificaciones, prevalidaciones y validaciones se realiza al día hábil siguiente de que se elabore el informe. Se modifica la aprobación del informe, quitando la firma en la portada y firmando en la declaración de conformidad.
17/03/2021	300-03-10-23-0364	18	Al ítem 2 se le agrega la siguiente nota: cuando el método de referencia no contemple la matriz de interés, se debe realizar el ejercicio de robustez para garantizar la validez de los resultados.
09/07/2025	100-03-10-23-1338	19	Se actualizó la referencia a la edición 24 de Standard Methods (2023).

Última línea-----última línea-----última línea