SENA REGIONAL VALLE	Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria – ASTIN **TALLER "ARTICULO CIENTIFICO VALIDACIÓN DE METODOS ANALITICOS"**	Código: 9230-FP-F-322 Versión: 2

1. IDENTIFICACIÓN DEL INSTRUMENTO:

Programa de Formación: Tecnología en química aplicada a la industria	*Ficha de caracterización:*
Nombre de la Guía:	*Código de la Guía:*
Nombre del Instructor: Marcelo Guancha	
Ciudad y fecha:	

2. PRESENTACIÓN E INSTRUCCIONES PARA EL DILIGENCIAMIENTO:

Señor/a Aprendiz:

- Resuelva los problemas o casos planteados.
- Al responder escriba con letra clara y sea conciso.
- Entregue los productos al Instructor y solicite retroalimentación del taller.

3. CUERPO DEL INSTRUMENTO:

Procedimiento para la Validación de Métodos Analíticos

Objetivos:
Establecer claramente los objetivos del método analítico y la matriz de muestras para la cual se aplicará.

Selección del método analítico:
Elegir el método analítico más adecuado para el análisis de interés.

Desarrollo del Protocolo de Validación:
Protocolo de validación que incluya detalles sobre los procedimientos experimentales, los criterios de aceptación y los parámetros a evaluar.

Características del método:
Identificar los parámetros a evaluar, como precisión, exactitud, sensibilidad, selectividad, límites de detección y cuantificación, reproducibilidad, entre otros.

Preparación de muestras y estándares.
Preparar muestras representativas y estándares para su uso durante la validación.

Reactivos y equipamiento:
Verificar la disponibilidad de reactivos y calibradores necesarios. Asegurarse de que el equipo esté correctamente calibrado y en buen estado de funcionamiento.

Precisión:
Evaluar la precisión mediante la repetición del análisis de una muestra homogénea en diferentes días y por diferentes analistas. Calcular la desviación estándar y el coeficiente de variación (CV).

Exactitud:
Evaluar la exactitud comparando los resultados obtenidos con los valores de referencia conocidos. Calcular el sesgo y determinar si está dentro de los límites aceptables.

Sensibilidad:
Construir una curva de calibración utilizando estándares con concentraciones conocidas del analito. Calcular la pendiente de la curva de calibración.

Límites de detección y cuantificación:
Determinar el Límite de Detección (LOD) y el Límite de Cuantificación (LOQ) utilizando fórmulas específicas.

Selectividad:
Evaluar la selectividad del método al analizar muestras con posibles interferencias o matrices complejas.

Reproducibilidad y repetibilidad.
Evaluar la reproducibilidad mediante el análisis de muestras en diferentes condiciones de laboratorio. Evaluar la repetibilidad realizando mediciones repetidas de la misma muestra.

Estudio de Estabilidad:
Realizar un estudio de estabilidad para evaluar cómo las condiciones de almacenamiento afectan la estabilidad del método.

Robustez:
Evaluar la robustez del método al realizar análisis bajo condiciones ligeramente diferentes.

Análisis de Datos:
Analizar y documentar todos los datos recopilados durante la validación.

Informe de Validación:
Preparar un informe de validación que incluya todos los resultados, conclusiones y recomendaciones.

Revisión y aprobación:
Revisar el informe de validación y obtener la aprobación de todas las partes involucradas.

Implementación del método validado:
Implementar el método validado en el laboratorio para su uso rutinario.

1. Precisión estadística

- **Método de cálculo**: La precisión se mide comúnmente a través de la **desviación estándar** o el **coeficiente de variación** (CV). El CV es la relación entre la desviación estándar y el valor promedio.

$$CV(\%) = \frac{\text{Desviación estándar}}{\text{Media}} \times 100$$

- **Ejemplo**:
  - Se miden 5 veces las concentraciones de una muestra: 10.1, 10.3, 9.9, 10.2, 10.0 mg/L.
  - Media: $\bar{x} = \frac{10.1+10.3+9.9+10.2+10.0}{5} = 10.1\,\text{mg/L}.$
  - **Desviación estándar**: Calculando manualmente o usando una calculadora, obtienes una desviación estándar de 0.15 mg/L.
  - CV: $CV = \frac{0.15}{10.1} \times 100 = 1.49\%,$, lo que indica una buena precisión.

2. Exactitud

- **Método de cálculo**: Se mide como la diferencia entre el valor medido y el valor verdadero (o aceptado). Esta diferencia es el **sesgo**.

$$\text{Sesgo}(\%) = \frac{\text{Valor medido} - \text{Valor verdadero}}{\text{Valor verdadero}} \times 100$$

- **Ejemplo**:
  - El valor verdadero es 10 mg/L y el valor medido es 10.3 mg/L.
  - **Sesgo**: $\frac{10.3-10}{10} \times 100 = 3\%$, lo que indica un sesgo del 3%.

3. Sensibilidad

- **Método de cálculo**: Se define como la **pendiente** de la curva de calibración de un analito. Se obtiene ajustando una recta a los datos de la señal (Y) frente a la concentración (X) de una serie de estándares.
- **Ejemplo**:
  - Se preparan soluciones con concentraciones de 1, 2, 3, 4 y 5 mg/L, y se mide la señal correspondiente. Usando regresión lineal, la pendiente de la recta es 0.95 unidades de señal por mg/L.
  - **Sensibilidad**: La pendiente de la curva indica que un aumento de 1 mg/L produce un incremento de 0.95 unidades en la señal, lo que define la sensibilidad del método.

4. Selectividad

- **Método de cálculo**: La selectividad se evalúa observando si la señal del analito varía significativamente en presencia de interferentes. Se puede expresar como la relación entre la señal del analito y la interferencia.

$$\text{Selectividad} = \frac{\text{Señal del analito en presencia de interferente}}{\text{Señal del analito sin interferente}} \times 100$$

- **Ejemplo**:
  - Señal del analito sin interferente: 100 unidades.
  - Señal del analito con interferente: 95 unidades.
  - **Selectividad**: $\frac{95}{100} \times 100 = 95\%$, lo que indica una selectividad aceptable con un 5% de interferencia.

5. Límite de detección (LOD)

- **Método de cálculo**: El límite de detección se puede calcular como:

$$\text{LOD} = 3.3 \times \frac{\text{Desviación estándar de la respuesta en blanco}}{\text{Pendiente de la curva de calibración}}$$

- **Ejemplo**:
  - Desviación estándar del blanco: 0.1 unidades de señal.
  - Pendiente de la curva de calibración: 0.95 unidades de señal por mg/L.

- **LOD**: $3.3 \times \frac{0.1}{0.95} = 0.35\,\text{mg/L}$, es el límite más bajo en el que el analito puede detectarse pero no cuantificarse con exactitud.

6. Límite de cuantificación (LOQ)

- **Método de cálculo**: El límite de cuantificación se calcula de manera similar al LOD, pero multiplicando por un factor de 10:

$$\text{LOQ} = 10 \times \frac{\text{Desviación estándar del blanco}}{\text{Pendiente de la curva de calibración}}$$

- **Ejemplo**:
  - Desviación estándar del blanco: 0.1 unidades de señal.
  - Pendiente de la curva: 0.95 unidades de señal por mg/L.
  - LOQ: $10 \times \frac{0.1}{0.95} = 1.05\,\text{mg/L}$, es la concentración mínima cuantificable con precisión aceptable.

7. Reproducibilidad

- **Método de cálculo**: La reproducibilidad se evalúa midiendo la **desviación estándar relativa (RSD)** entre diferentes laboratorios, días o analistas: RSD(%)=Desviacio´n esta´ndarMedia de las mediciones×100\text{RSD} (\%) = \frac{\text{Desviación estándar}}{\text{Media de las mediciones}} \times 100RSD(%)=Media de las medicionesDesviacio´n esta´ndar×100
- **Ejemplo**:
  - En tres laboratorios se obtiene: 10.1, 10.4, 9.9 mg/L.
  - **Media**: x¯=10.13 mg/L\bar{x} = 10.13 \, \text{mg/L}x¯=10.13mg/L.
  - **Desviación estándar**: 0.25 mg/L.
  - **RSD**: 0.2510.13×100=2.47%\frac{0.25}{10.13} \times 100 = 2.47\%10.130.25 ×100=2.47%, lo que indica una buena reproducibilidad.

Estructura sugerida del documento:

1. **Introducción**
   - Breve sobre la importancia de la precisión, exactitud, sensibilidad, selectividad, LOD, LOQ y reproducibilidad.
2. **Métodos de cálculo**
   - Explicar cómo se calcula cada uno con las fórmulas respectivas.
3. **Ejemplos de aplicación**
   - Desarrollo de ejemplos numéricos para cada concepto.
4. **Conclusiones**
   - Importancia de dominar estos conceptos en análisis de laboratorio y su impacto en la calidad de los resultados.

Este enfoque les proporcionará a los estudiantes una comprensión tanto teórica como práctica de cómo calcular y aplicar estos conceptos en estadística y análisis de muestras. ¿Te gustaría profundizar más en alguno de estos cálculos o ejemplos?

ChatGPT puede cometer errores. Consi

Nota: para construcción de la infografía una alternativa es apoyarse en el video disponible en el siguiente enlace: https://www.youtube.com/watch?v=aElurp3NVRc.

1. Sustente la infografía en plenaria.

4. PRODUCTO (S):

1. _____
2. _____
3. _____

(Aquí se consignan todos los productos a recoger y se deben enumerar, tal cual como está señalado).

Observaciones y/o recomendaciones: