

	Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-TC-013
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2017/08/01

PLN-TC-017-01

Plan de verificación del ensayo grasa, método soxhlet en alimentos

AOXLAB S.A.S.

	Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-TC-013
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2017/08/01

ÍNDICE

1. OBJETIVO Y ALCANCE.....	4
1.1 Objetivo.....	4
1.2 Alcance.....	4
2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	4
2.1 Definiciones.....	4
2.2 Notaciones.....	4
3. REFERENCIAS.....	5
4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A CONFIRMAR.....	5
5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A CONFIRMAR.....	5
6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.....	5
6.1 CARACTERISITICAS DE DESEMPEÑO A EVALUAR.....	5
6.2 DISEÑO EXPERIMENTAL.....	5
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal.....	7
7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.....	7
8. CONCLUSIONES DE LA CONFIRMACIÓN.....	7
9. INFORME.....	7
10. RESPONSABILIDADES.....	8
10.1 Director Técnico.....	8
10.2 Líder de Laboratorio.....	8
10.3 Analistas.....	8
11. FORMATOS RELACIONADOS.....	8
12. ANEXOS.....	8

	Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-TC-013
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2017/08/01

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Establecer la lista de características de desempeño a evaluar, los respectivos criterios de aceptación y describir el diseño experimental para realizar la verificación del método analítico PROC – TC – 017 procedimiento de ensayo grasa método Soxhlet, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 920.39, 934.01, 963.15 y 970.20.

El desempeño del método analítico será evaluado sobre las siguientes matrices:

- Cereal
- Cacao y derivados
- Confitería
- Cereales y productos derivados
- Nueces y semillas
- Aceites y grasas
- Carne
- Suplementos dietarios
- Frutas
- Alimento animal
- Frutas

a verificación del procedimiento analítico se realizará atendiendo los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017.

1.2 Alcance.

Aplica para la verificación del procedimiento analítico PROC – TC – 017 procedimiento de ensayo grasa método Soxhlet, ejecutado sobre las matrices relacionadas en el numeral 1.1

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

2.1 Definiciones.

Para el presente documento aplicarán las definiciones establecidas en el numeral 2.1 del procedimiento PROC – TC- 012 [1]


2.2 Notaciones.

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:

“**Laboratorio**”: se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S

“**Servicios**”: para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

“**Ítem**”: se refiere al elemento o material bajo ensayo.

	Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-TC-013
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2017/08/01

3. REFERENCIAS.

- [1] PROC – TC – 012. Procedimiento para la validación o confirmación de métodos analíticos.
- [2] PROC – TC – 017. Procedimiento de ensayo grasa

4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A CONFIRMAR.

La determinación gravimétrica de grasa en alimentos por el método Soxhlet, se realiza llevando a cabo sucesivas extracciones del ítem de ensayo con éter de petróleo en un extractor Soxhlet. La grasa es recogida en un recipiente previamente tarado y sometida a secado a 100 C. La cantidad de grasa es determinada gravimétricamente calculando la masa de grasa extraída como la diferencia entre la masa del recipiente tarado y la masa del recipiente con el extracto seco obtenido.

5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A CONFIRMAR.

El método bajo verificación debe cumplir los siguientes requisitos, a fin de que sea considerado como apto o válido para el uso previsto:

El método debe ser aplicable a muestras de alimentos sólidas, semisólidas y líquidas. Debe mostrar un adecuado desempeño en todo el rango de operación (0 – 100%)

6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.

6.1 CARACTERISITICAS DE DESEMPEÑO A EVALUAR

Como resultado del ejercicio de verificación del procedimiento se debe evidenciar que el procedimiento de ensayo de grasa cumple con los siguientes parámetros de desempeño:

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo	0% – 100%	%
Límite de cuantificación	A establecer	%
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 10%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 5%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 10%	%
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	

* La exactitud se evaluará sobre materiales de referencia certificados disponibles en el laboratorio para algunas matrices.

6.2 DISEÑO EXPERIMENTAL

Los parámetros son determinados de acuerdo con las siguientes instrucciones:

	Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-TC-013
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2017/08/01

Se analizarán seis lotes de ítems de ensayo cada uno en un día diferente. Los primeros seis lotes serán analizados por el Líder de Laboratorio Ferney Ruiz (WFRP) y el segundo por el analista John Franco (JMFR).

Los lotes de análisis tendrán la misma composición, la cual se muestra a continuación:

Cod. Muestra	Muestra	Matriz
3233	SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	Cereal
1427-17	Choco express con azúcar Lote: 9900058935	Cacao y derivados
1432-17	Galletas Dulces saborizadas Lote: L2017 14 M3 17 093 05	Confitería
1423-17	Granola Lote: 7186082709 15:12	Cereales y productos derivados
1420-17	Maíz Amarillo Retrillado Lote: 2903517	Nueces y semillas
1419-17	Margarina Vegetal con Canola Lote: 14 B43	Aceites y grasas
0083-18	Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	Carne
0073-18	Proteína Vegetal Nutrilite Lote 61206V7A 16.28	Suplementos dietarios
1461-17	Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada Lote: 25117	Frutas
0081-18	Purina DOGCHOW Cachorros Lote 73010476 4C	Alimento animal
0082-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	Límite inferior
1436-18	Arándanos secos Lote: X 13:22D1	Frutas
0112-18	Ácido Láurico Lote S7077533 621	Límite superior

La trazabilidad de las muestras utilizadas se encuentra en el software para manejo de muestras de AOXLAB S. A. S.

Los equipos que se utilizará para la realización del ejercicio de verificación son:

EQUIPO	ID	FUNCIONAMIENTO	CALIBRACIÓN
Balanza Analítica Radwag	006	SI	CUMPLE
Desecador citoglass	109	SI	CUMPLE
Estufa Memmert	002	SI	CUMPLE
Equipo Soxhlet Hanon	083	SI	CUMPLE
Probeta	Sin ID	SI	CUMPLE

El material con el cual se realizará el ejercicio de verificación es el siguiente:

	Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-TC-013
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2017/08/01

MATERIAL	ID	CANTIDAD	ESTADO
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	SRM 3233	60 g	Material en buenas condiciones.

Los reactivos empleados para la preparación de soluciones y estándares se relacionan en la tabla siguiente:

REACTIVO	MARCA	LOTE
Éter de Petróleo	MERCK	K46669575 K46791775 K48651875
Dedales de Celulosa	ADVANTEC	70628832

El procedimiento para llevar a cabo los cálculos se documenta en PROC – TC – 012 Procedimiento de verificación o validación de métodos analíticos.

7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.

La verificación de cumplimiento de los parámetros o características del método a confirmar es realizada a través de una tabla comparativa entre los valores de los requisitos a cumplir (numeral 6.1) y los valores obtenidos por la aplicación del método en cada matriz.

Utilizar el formato FOR-TC-047 Formato de informe de confirmación de método analítico.

8. CONCLUSIONES DE LA CONFIRMACIÓN.

Al término de la confirmación, se emitirá una declaratoria acerca de la aptitud del laboratorio para operar el método normalizado, en función de los resultados obtenidos.

Esta declaratoria es registrada en el formato FOR-TC-047 Formato de informe de validación de método analítico.

9. INFORME.

La verificación del método es reportada en un Informe de Confirmación, que incluye al menos: a) los resultados obtenidos, b) el procedimiento utilizado para la confirmación y c) una declaración sobre la aptitud del laboratorio para operar el método normalizado.

Usar el formato FOR-TC-047 Formato de informe de confirmación de método analítico.

	Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-TC-013
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2017/08/01

10. RESPONSABILIDADES.

10.1 Director Técnico.

Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.

10.2 Líder de Laboratorio.

Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado. Participar como analista durante el ejercicio de verificación

10.3 Analistas.

Aplicar el presente documento.


11. FORMATOS RELACIONADOS.

FOR-TC-016 Formato de informe de confirmación de método analítico.

12. ANEXOS.


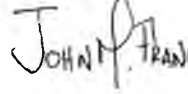
ANEXO 1: Ficha resumen del plan de validación (Página siguiente)


Otros anexos: Datos primarios y trazabilidad de las muestras utilizadas durante el ejercicio de validación.

	Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-TC-013
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2017/08/01

ANEXO 1: FICHA RESUMEN DEL PLAN DE VALIDACION

PARÁMETROS DE VALIDACIÓN

Nombre completo del método: Determinación de % de grasa Método de referencia: AOAC 920.39, 934.01, 963.15 y 970.20. Procedimiento interno: PROC – TC - 017					
Tipo de método:	Cualitativo		Cuantitativo	X	
Origen del método	Normalizado	X	No Normalizado		Otro
	Normalizado modificado		Interno		
<ul style="list-style-type: none"> • Analito: Grasa • Unidades: % Matrices: <ul style="list-style-type: none"> • Cereal • Cacao y derivados • Confitería • Cereales y productos derivados • Nueces y semillas • Aceites y grasas • Carne • Suplementos dietarios • Frutas • Alimento animal • Frutas 			Responsables por la validación		
			Responsable	Firma	
			Ferney Ruiz		
			John Franco		
			Fecha de entrega del informe de la validación: Enero 31 de 2018		
Selectividad			Linealidad / intervalo de trabajo	X	
Sensibilidad			Límite de detección		
Límite de cuantificación			Veracidad		
Repetibilidad	X		Reproducibilidad		X
Robustez	X		Recuperación		

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10


DOCUMENTO CONTROLADO

ICR-TC-017-01

Informe de verificación del análisis de Grasa

AOXLAB S.A.S.



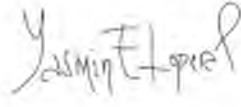
*** PROC – TC – 017 procedimiento de ensayo grasa método Soxhlet**

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

DOCUMENTO CONTROLADO

ICR-TC-017-01 Informe de verificación del método grasa


Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Wlner Ferney Ruiz Patiño	Líder Laboratorio		2018/01/09
Revisó:	Nataly Botero Rivera	Líder de Calidad		2018/01/09
Aprobó:	Yasmín Eliana Lopera Pérez	Gerente y Director Técnico		2018/01/09
Localización del documento:		http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/		

Control de Cambios

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Vigente	2018/01/10	1	Ninguno (versión original).	NBR	YELP	YELP

* PROC – TC – 017 procedimiento de ensayo grasa método Soxhlet


	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Informe de verificación del ensayo de grasa método soxhlet

ICR-TC-017-01
2018/01/31

FOR-TC-047


AOXLAB S.A.S

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

ÍNDICE

Contenido

1. OBJETIVO Y ALCANCE.....	5
1.1 Objetivo.....	5
1.2 Alcance.....	5
2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	5
2.1 Definiciones.....	5
2.2 Notaciones.....	7
3. REFERENCIAS.....	7
4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A VALIDAR.....	8
5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.....	8
6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.....	8
7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.....	8
7.1 RESULTADOS OBTENIDOS POR CADA MATRIZ EVALUADA.....	9
7.1.1 Rango de evaluación.....	9
7.1.2 Límite de detección y cuantificación.....	10
7.1.3 Precisión- Reproducibilidad y repetibilidad.....	11
7.1.4 Exactitud Sesgo.....	26
7.1.5 Robustez.....	26
8. CONCLUSIONES DE LA VALIDACIÓN.....	27
9. INFORME.....	27
9.1 Firmas del personal de validación.....	27
10. RESPONSABILIDADES.....	27
10.1 Líder de Calidad.....	27
10.2 Líder de Laboratorio.....	27
10.3 Analistas.....	27
11. FORMATOS RELACIONADOS.....	27
12. ANEXOS.....	27

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Evaluar los resultados obtenidos del ejercicio de validación / verificación del método analítico PROC – TC – 017 procedimiento de ensayo grasa método Soxhlet, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 920.39, 934.01, 963.15 y 970.20., de acuerdo con el diseño experimental y criterios de aceptación establecidos en el mismo y PROC-TC-013 **PLN-TC-017-01** Plan de Validación o Verificación del método grasa atendiendo los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017 [1].

1.2 Alcance.

Las conclusiones y declaraciones consignadas en el presente documento aplican para los resultados del ejercicio de verificación de métodos analíticos, PROC – TC – 017 procedimiento de ensayo grasa método Soxhlet en las matrices establecidas y siguiendo fielmente el diseño experimental establecido en PROC-TC-013 **PLN-TC-017-01** Plan de Validación o Verificación del método grasa cuyos resultados son consignados en el presente informe.

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

2.1 Definiciones.

Analito [6].

Componente de un sistema a ser medido químicamente.

Blanco [6].

Material que es similar en matriz y estado físico de preparación a las muestras que están siendo analizadas como muestras problema, pero que no contiene el analito nativo y que es usado con el propósito de dar seguimiento a diferentes aspectos del proceso analítico.

Documento [2].

Información y su medio de soporte.

Ensayo/prueba [2].


Determinación de una o más características de acuerdo con un procedimiento.

Incertidumbre [3].

Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza.

Intervalo de trabajo [6].

Intervalo de 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. Dentro de este intervalo lineal de respuesta habrá una relación lineal con la concentración del analito.

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Límite de cuantificación [6].

Concentración mínima del analito en una muestra que puede determinarse con un nivel de incertidumbre aceptable, bajo las condiciones de operación establecidas.

Límite de detección [6].

Mínima concentración de un analito o sustancia en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

Material de referencia certificado [3].

Material de referencia acompañado por la documentación emitida por un organismo autorizado, que proporciona uno o varios valores de propiedades especificadas, con incertidumbres y trazabilidades asociadas, empleando procedimientos válidos.

Precisión [3].

Proximidad entre las indicaciones o los valores medidos obtenidos en mediciones repetidas de un mismo objeto, o de objetos similares, bajo condiciones especificadas.

Procedimiento [2].

Forma especificada para llevar a cabo una actividad o un proceso.

Recuperación [6].

Proporción del analito presente o adicionado a una muestra que sirve para evaluar la eficiencia del método de ensayo.

Repetibilidad [3].

Precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de repetibilidad.

Reproducibilidad [3].

Precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de reproducibilidad

Robustez [6].


Medida de la capacidad de un método de ensayo de permanecer inalterado por variaciones pequeñas, pero deliberadas, en los parámetros del método y proporciona una indicación de su confiabilidad durante su uso normal.

Selectividad [6].

Capacidad de un método para determinar exacta y específicamente un analito de interés en presencia de otros componentes en la matriz bajo las condiciones de ensayos establecidos y puede ser:

Cualitativa: el grado en el cuál otras sustancias interfieren con la determinación de una sustancia de acuerdo a un procedimiento dado y/o

Cuantitativa: un término usado en conjunto con otros términos (por ejemplo: constante, coeficiente, índice, factor, número) para la caracterización cuantitativa de interferencias.

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Sensibilidad [6].

La pendiente de la curva de calibración. Si la curva es efectivamente una “curva”, en lugar de ser una línea recta, entonces la sensibilidad será una función de la cantidad o concentración del analito.

Sesgo [6].

Medida del error sistemático de un procedimiento analítico dado y es la desviación, positiva o negativa, de la media de los resultados analíticos con respecto al valor convencionalmente verdadero.

Validación [2].

Verificación mediante la aportación de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista.

Verificación [2].

Verificación, a través de la aportación de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos especificados.

Veracidad [3].

Proximidad entre la media de un número infinito de valores medidos repetidos y un valor de referencia.

2.2 Notaciones.

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:

“**Laboratorio**”: se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S

“**Servicios**”: para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

“**Ítem**”: se refiere al elemento o material bajo ensayo.

3. REFERENCIAS.

[1] ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories / Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.


[2] ISO 9000:2015 Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary/ Sistemas de gestión de la calidad-- Fundamentos y vocabulario.

[3] VIM: 2008, International vocabulary of metrology -- Basic and general concepts and associated terms.

[4] ISO/IEC 17000:2004 Conformity assessment -- Vocabulary and general principles.

[5] ISO/TR 10013:2001 Guidelines for quality management system documentation.

[6] NMX-CH-152-IMNC: 2005 Metrología en química-vocabulario

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

[7] Eurolab España. P.P. Morillas y colaboradores. Guía Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados (1ª ed. 2016). Disponible en www.eurachem.org.

[8] MILLER, N. J. y MILLER, J. C.: ESTADÍSTICA Y QUIMIOMETRÍA PARA QUÍMICA ANALÍTICA (4ª ed. 2002). ISBN: 84-205-3514-1

4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A VALIDAR.

PROC – TC – 017 procedimiento de ensayo grasa método Soxhlet, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 920.39, 934.01, 963.15 y 970.20.

5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.

Las características deseables del método de ensayo PROC – TC – 017 procedimiento de ensayo grasa método Soxhlet fueron consignadas en el numeral 5 del plan de validación PROC-TC-013 **PLN-TC-017-01** Plan de Validación o Verificación del método grasa.

6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.


Los requisitos correspondientes a los parámetros de desempeño evaluados, así como el correspondiente diseño experimental para obtener los resultados que permitieron llevar a cabo la evaluación del método analítico son:

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo	0% – 100%	%
Límite de cuantificación	A establecer	%
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 10%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 5%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 10%	%
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	

* La exactitud se evaluará sobre materiales de referencia certificados disponibles en el laboratorio para algunas matrices.

7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.

A continuación, se muestra la tabla comparativa que muestra los valores de los requisitos a cumplir y los valores obtenidos por la aplicación del método.

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES	CUMPLE SI/NO
Intervalo de trabajo	0% – 100%	%	CUMPLE
Límite de cuantificación	0.33%	%	CUMPLE
Exactitud* (Veracidad)	E. R. % máximo 10%	%	CUMPLE
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 5%	%	CUMPLE
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 10%	%	CUMPLE
Robustez ante el cambio de analista	Robusto		

El laboratorio AOXLAB de acuerdo con los resultados obtenidos estableció utilizar el valor máximo de CV % obtenido dentro de las matrices evaluadas ya que el laboratorio en su diario proceder analiza matrices diversas que aportan un mayor o menor CV%.


7.1 RESULTADOS OBTENIDOS POR CADA MATRIZ EVALUADA

7.1.1 Rango de evaluación

Se evaluaron matrices que pertenecieran a los principales grupos alimentarios y que tuvieran contenidos bajos, intermedio y altos de grasa para evaluar el rango de 0 - 100%.

En la siguiente tabla se presenta el resumen de los resultados promedio de grasa obtenidos:

Muestra	% Grasa Promedio	C.V % Repetibilidad	C.V % Reproducibilidad
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,96	1,84%	1,54%
Arándanos secos Lote: X 13:22D1	0,15	6,30%	8,69%
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,15	8,30%	7,49%
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada Lote: 25117	0,15	8,30%	7,49%
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,25	13,59%	11,11%
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	0,87	1,31%	1,27%
Standard reference material 3233 Fortified Breakfast Cereal	1,96	1,84%	1,54%
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	2,00	1,54%	1,44%
Proteína Vegetal Nutrilite_Lote 61206V7A 16.28	4,62	5,34%	4,40%
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	5,31	2,57%	2,27%
Granola Lote: 7186082709 15:12	8,68	1,40%	3,13%

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10


Muestra	% Grasa Promedio	C.V % Repetibilidad	C.V % Reproducibilidad
Purina DOGCHOW Cachorros Lote 73010476 4C	9,33	2,30%	1,90%
Galletas Dulces saborizadas Lote: L2017 14 M3 17 093 05	20,47	0,87%	0,98%
Margarina Vegetal con Canola Lote: 14 B43	81,73	0,91%	0,77%
Ácido Láurico Lote S7077533 621	99,32	0,40%	0,71%

En la tabla anterior se presenta el resumen de los resultados obtenidos por matriz, en esta se puede observar que la variación de la repetibilidad y reproducibilidad está dada por la complejidad de las matrices analizadas.

7.1.2 Límite de detección y cuantificación

Los límites de detección (LOD) y cuantificación (LOQ) fueron determinados mediante el análisis de 6 muestras de Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131 en condiciones de reproducibilidad. Estas equivalen a una matriz sólida sin contenido de grasa. (Blanco de matriz). Los resultados obtenidos se muestran a continuación:

MUESTRA		RESULTADO % GRASA	ANALISTA
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,21	WFRP
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,28	WFRP
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,28	WFRP
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,21	WFRP
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,27	WFRP
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,28	WFRP
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,28	JMFR
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,27	JMFR
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,21	JMFR
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,27	JMFR
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,21	JMFR

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

MUESTRA		RESULTADO % GRASA	ANALISTA
0074-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,27	JMFR
	Promedio	0,25	
	D. S.	0,033	
	LOD	0,099	
	LOQ	0,330	

Con los resultados anteriores, se establece que el LOD para el ensayo es de 0,099 g grasa/ 100g y el LOQ se fija en 0,330 g grasa/ 100 g.

7.1.3 Precisión- Reproducibilidad y repetibilidad

Los resultados obtenidos por cada matriz evaluada están consignados en el Registro de validaciones SOFT-TC-011 Registro verificaciones método grasa Soxhlet 2018-01.


En él se detallan para cada matriz evaluada:

Grasa % Muestra	Analista	
	JMFR	WFRP
Ácido Láurico_Lote S7077533 621	98,79	99,72
Ácido Láurico_Lote S7077533 621	99,20	100,05
Ácido Láurico_Lote S7077533 621	98,84	99,89
Ácido Láurico_Lote S7077533 621	99,20	98,59
Ácido Láurico_Lote S7077533 621	99,17	99,85
Ácido Láurico_Lote S7077533 621	98,8401	99,6951

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	594,051193	99,00853209	0,041548
WFRP	6	597,795433	99,63257219	0,27434

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	1,168278	1	1,16827812	7,396782	0,021571342	4,96460274
Dentro de los grupos	1,579441	10	0,157944116			
Total	2,747719	11				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,4001%
C.V % Reproducibilidad	0,7082%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Arándanos secos_Lote: X 13:22D1	0,15	0,17
Arándanos secos_Lote: X 13:22D1	0,14	0,15
Arándanos secos_Lote: X 13:22D1	0,14	0,15


Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	3	0,41900309	0,139667698	4,59E-05
WFRP	3	0,46267371	0,154224571	0,000125

ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
----------------------------------	--------------------------	---------------------------	----------------------------------	----------	---------------------	-----------------------------

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Entre grupos	0,000318	1	0,000317854	3,712886	0,126267032	7,70864742
Dentro de los grupos	0,000342	4	8,56083E-05			
Total	0,00066	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	6,2965%
C.V % Reproducibilidad	8,6889%


Grasa % Muestra	Analista	
	JMFR	WFRP
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	5,23	5,49
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	5,25	5,275
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	5,55	5,55
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	5,23	5,22
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	5,23	5,25
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	5,25	5,23

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	31,7349439	5,289157312	0,016246
WFRP	6	32,0165862	5,336097696	0,02095

ANÁLISIS DE VARIANZA

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00661	1	0,006610199	0,355434	0,56430365	4,96460274
Dentro de los grupos	0,185975	10	0,018597547			
Total	0,192586	11				


Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	2,5670%
C.V % Reproducibilidad	2,2745%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	20,63	20,22
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	20,55	20,55
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	20,64	20,63
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	20,55	20,22
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	20,22	20,55
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	20,63	20,22

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	123,230752	20,53845862	0,025297
WFRP	6	122,398568	20,39976137	0,038896

ANÁLISIS DE VARIANZA


<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,057711	1	0,05771078	1,798043	0,209611683	4,96460274
Dentro de los grupos	0,320964	10	0,03209644			
Total	0,378675	11				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,8752%
C.V % Reproducibilidad	0,9848%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Granola_Lote: 7186082709 15:12	8,94	8,45
Granola_Lote: 7186082709 15:12	8,86	8,41
Granola_Lote: 7186082709 15:12	8,70	8,53
Granola_Lote: 7186082709 15:12	8,94	8,70
Granola_Lote: 7186082709 15:12	8,70	8,53
Granola_Lote: 7186082709 15:12	8,70	8,70

Análisis de varianza de un factor

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	52,852116	8,808685992	0,014129
WFRP	6	51,3311297	8,555188277	0,015301

ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,192783	1	0,192783276	13,10113	0,004693182	4,96460274
Dentro de los grupos	0,14715	10	0,014715013			
Total	0,339933	11				


Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,3972%
C.V % Reproducibilidad	3,1348%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,15	0,17
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,15	0,15
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,14	0,14

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	3	0,43088999	0,143629998	4,63E-05
WFRP	3	0,45078681	0,150262271	0,000251

ANÁLISIS DE VARIANZA


<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	6,6E-05	1	6,59806E-05	0,444085	0,541625339	7,70864742
Dentro de los grupos	0,000594	4	0,000148577			
Total	0,00066	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	8,2950%
C.V % Reproducibilidad	7,4871%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	2,00	1,97
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	2,01	2,06
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	2,00	1,98
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	2,00	2,06
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	1,97	1,98
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	1,97	2,00

Análisis de varianza de un factor

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	11,97681	1,996134998	0,000299
WFRP	6	12,059496	2,009916006	0,001609


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00057	1	0,000569749	0,597181	0,45753204	4,96460274
Dentro de los grupos	0,009541	10	0,000954064			
Total	0,01011	11				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,5421%
C.V % Reproducibilidad	1,4348%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	80,86	81,90
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	81,06	81,54
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	82,75	81,25
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	81,54	81,52
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	82,78	82,78
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	81,88	80,87

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	490,874733	81,81245552	0,669488
WFRP	6	489,858361	81,6430602	0,431417


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,086084	1	0,086084323	0,156388	0,700808559	4,96460274
Dentro de los grupos	5,504523	10	0,550452299			
Total	5,590607	11				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,9078%
C.V % Reproducibilidad	0,7696%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	0,78	0,87
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	0,88	0,89
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	0,88	0,89
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	0,88	0,89
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	0,90	0,89
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	0,86	0,87

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
0,784576642	5	4,39959779	0,879919558	0,000155
0,86837847	5	4,43265146	0,886530293	0,000112


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,000109	1	0,000109255	0,818837	0,391956387	5,31765507
Dentro de los grupos	0,001067	8	0,000133427			
Total	0,001177	9				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,3078%
C.V % Reproducibilidad	1,2677%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	4,27	4,62
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	4,83	4,43
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	4,84	4,72
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	4,83	4,28
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	4,27	4,72

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	4,72	4,84
---	------	------

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	27,7721914	4,628698559	0,077721
WFRP	6	27,6083504	4,601391738	0,043851


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,002237	1	0,002236987	0,036801	0,851709777	4,96460274
Dentro de los grupos	0,607857	10	0,060785727			
Total	0,610094	11				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	5,3423%
C.V % Reproducibilidad	4,4019%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,15	0,17
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,15	0,15
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,14	0,14

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	3	0,43088999	0,143629998	4,63E-05
WFRP	3	0,45078681	0,150262271	0,000251


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	6,6E-05	1	6,59806E-05	0,444085	0,541625339	7,70864742
Dentro de los grupos	0,000594	4	0,000148577			
Total	0,00066	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	8,2950%
C.V % Reproducibilidad	7,4871%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	9,08	9,21
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	9,19	9,57
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	9,54	9,45
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	9,08	9,54
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	9,57	9,21

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	9,45	9,08
--	------	------

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	55,9195505	9,319925089	0,051237
WFRP	6	56,0748427	9,345807114	0,041318


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00201	1	0,002009638	0,043426	0,839108642	4,96460274
Dentro de los grupos	0,462774	10	0,046277425			
Total	0,464784	11				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	2,3050%
C.V % Reproducibilidad	1,9023%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,28	0,21
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,27	0,28
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,21	0,28
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,28	0,21

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,21	0,27
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	0,27	0,28

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	1,52432455	0,254054092	0,001173
WFRP	6	1,5296451	0,25494085	0,001221


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	2,36E-06	1	2,35902E-06	0,001971	0,965462664	4,96460274
Dentro de los grupos	0,011969	10	0,001196856			
Total	0,011971	11				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	13,5937%
C.V % Reproducibilidad	11,1047%

Grasa %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Standard reference material 3233 Fortified Breakfast Cereal	1,99	1,95
Standard reference material 3233 Fortified Breakfast Cereal	1,95	2,02

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

Standard reference material 3233 Fortified Breakfast Cereal	1,92	1,92
Standard reference material 3233 Fortified Breakfast Cereal	2,01	1,97
Standard reference material 3233 Fortified Breakfast Cereal	1,96	1,92
Standard reference material 3233 Fortified Breakfast Cereal	1,94	1,94

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	11,7712574	1,961876227	0,001085
WFRP	6	11,7307952	1,955132533	0,001522


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,000136	1	0,000136432	0,104682	0,752946379	4,96460274
Dentro de los grupos	0,013033	10	0,0013033			
Total	0,013169	11				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,8433%
C.V % Reproducibilidad	1,5439%

Como se discutió en el atributo rango de aplicación, la repetibilidad y la reproducibilidad obtenidas para las diferentes matrices se encuentran acorde con

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

los criterios establecidos en el correspondiente plan de validación, excepto para la matriz sal, cuyos resultados fueron inferiores al límite de cuantificación estimado. por lo anterior, el parámetro precisión se aprueba

7.1.4 Exactitud Sesgo

La exactitud se evaluó a través del sesgo obtenido, expresado como error relativo porcentual (b%), en el análisis del material de referencia SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal, correspondientes a la matriz cereal. Estos materiales fueron analizados por dos analistas y los resultados se muestran en seguida:

Muestra	Resultado	b%	Analista
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,9891	1,5%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,9492	3,5%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,9195	5,0%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	2,0091	0,5%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,9646	2,7%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,9397	4,0%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,9448	3,7%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	2,0241	0,2%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,9241	4,7%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,9744	2,3%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,9191	5,0%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	1,9442	3,8%	WFRP


Los resultados muestran que en ningún caso se superó el criterio de exactitud establecido en el plan de validación, lo que prueba que el método es exacto. Por lo anterior, se aprueba el método exactitud.

7.1.5 Robustez

La robustez ante el cambio de analista fue evaluada mediante el análisis ANOVA de los resultados obtenidos al ejecutar el ensayo por los analistas Ferney Ruiz y John Franco. Los resultados obtenidos se muestran en las tablas listadas en el ítem correspondiente al atributo precisión.

De las tablas de resultados, se advierte que el valor de F calculado en general no supera el valor crítico de F al ejecutarse el ensayo por los dos analistas sobre todas las matrices analizadas, excepto en el caso del análisis del Ácido Láurico_Lote S7077533 621 y la Granola_Lote: 7186082709 15:12. Pero que, aun así, se cumplen las metas de exactitud y precisión al ejecutarse el ensayo sobre estas matrices.

Este hallazgo indica que el ensayo tal y como se ejecuta en AOXLAB S. A. S., no es sensible ante el cambio de analista excepto para estas dos matrices. De acuerdo

	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

con estos resultados obtenidos el método cumple el criterio de precisión. Por lo anterior, el atributo robustez se aprueba.

8. CONCLUSIONES DE LA VALIDACIÓN.

Con base en los resultados obtenidos, la Directora Técnica de AOXLAB S. A. S., declara que el método es apto para el uso previsto, de acuerdo con los requerimientos establecidos por el laboratorio.

9. INFORME.

El presente informe es aprobado por la Directora Técnica y debe estar disponible para consulta permanente en los archivos correspondientes a este ensayo.

9.1 Firmas del personal de validación.

Realizó:

 JOHN M. FRANCO

Nombre y firma
Analistas

Revisó:



Nombre y firma
Líder laboratorio

Aprobó:



Nombre y firma
Director técnico

10. RESPONSABILIDADES.

10.1 Líder de Calidad.

Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.

10.2 Líder de Laboratorio.

Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado.

10.3 Analistas.

Aplicar el presente documento.

11. FORMATOS RELACIONADOS.

SOFT-TC-011 Registro verificaciones método grasa Soxhlet

12. ANEXOS.

No aplica