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

PLN-TC-051-01

Plan de verificación de cenizas en alimentos


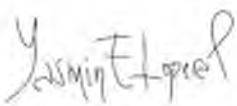
AOXLAB S.A.S.

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

DOCUMENTO CONTROLADO

PLN-TC-051-01 Plan de verificación de cenizas en alimentos

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	NATALY BOTERO RIVERA	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	2018/01/09	1	Ninguno (versión original).	WFRP	YELP	YELP

	Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-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.....	4
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.....	8
9. INFORME.....	8
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: PROC-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 – 051 procedimiento de ensayo cenizas aplicado el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 923.03 y 942.05.

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

- Frutas
- Cacao y derivados
- Confitería
- Cereales y productos derivados
- Leche y productos derivados
- Nueces y semillas
- Aceites y grasas
- Carne

La 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 – 051 procedimiento de ensayo cenizas 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.

3. REFERENCIAS.

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

[1] PROC – TC – 012. Procedimiento para la validación o confirmación de métodos analíticos.

[2] PROC – TC – 051. Procedimiento de ensayo cenizas

4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A CONFIRMAR.

La determinación gravimétrica de las cenizas en alimentos, se realiza calcinando aproximadamente 2g de muestra en una mufla a 600 C. La calcinación se detiene cuando se alcanza el criterio de peso constante.

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 cenizas cumple con los siguientes parámetros de desempeño:

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo del método	0 -100	%
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 5%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 8%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 6%	%
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	

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

No tienen especial interés para AOXLAB S. A. S., la evaluación de los límites de detección y cuantificación, puesto que de acuerdo con el procedimiento PROC – TC – 051, es posible variar el peso de la muestra para obtener una cantidad de cenizas acorde con el rango de operación de la balanza analítica.

6.2 DISEÑO EXPERIMENTAL

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

Los parámetros son determinados de acuerdo a las siguientes instrucciones:
 Se analizarán seis lotes de ítems de ensayo por analista, cada uno en un día diferente, pero ambos con las mismas condiciones de ensayo. Cada analista evaluará 17 matrices alimentarias que incluyen los principales grupos alimenticios: bebidas, lácteos, cárnicos, productos de panadería, cereales, alimento animal, suplementos dietarios, frutas deshidratadas, frutas sin procesar y verduras. El rango de medición se evaluará usando matrices que contienen entre 0 -100% del analito de interés y estudiando así la respuesta del método en las diferentes concentraciones del analito.

Seis lotes serán analizados por el Líder de Laboratorio Ferney Ruiz y los otros seis por el analista John Franco.

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

Cod. Muestra	Muestra	Matriz
1436-17	Arandanos secos Lote: X 13:22D1	Frutas
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
1431-17	Leche condensada azucarada semidescremada Lote: 72240464	Leche y productos derivados
1430-17	Leche en polvo entera Lote: 2127020002	Leche 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	Suplemento dietario
1461-17	Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada Lote: 25117	Frutas
0081-18	Purina DOGCHOW Cachorros Lote 73010476 4C	Alimento animal
1418-17	Queso crema Lote: 2937023501	Leche y productos derivados
0076-17	ZANAHORIA CARULLA LOTE 0201	Leguminosa
0192-18	Oxido de Zinc	Evaluación del límite superior
0082-18	Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	Evaluación del límite superior

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

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	006	SI	CUMPLE
Desecador citoglass	109	SI	CUMPLE
Estufa Memmert	002	SI	CUMPLE
Mufla Terrigeno	084	SI	CUMPLE

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

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	VIGENCIA
N.A	N.A	N.A	N.A


El procedimiento para llevar a cabo los cálculos se documenta en PROC – TC – 012 Procedimiento de verificación o validación de métodos analíticos y estos se realizan en el SOFT-TC- 010 Registro de resultados de verificación del método cenizas.

Los resultados obtenidos son registrados en el formato FOR-TC-047 Formato de informe de confirmación de método analítico.

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.

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

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 confirmación de método analítico.

9. INFORME.

La verificación del método es reportada en un Informe de Confirmación, que incluye: 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.

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.

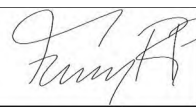
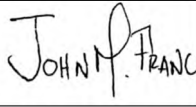
ANEXO 1: Ficha resumen del plan de validación (Página siguiente)

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: PROC-TC-013
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2017/08/01


ANEXO 1: FICHA RESUMEN DEL PLAN DE VALIDACION

IDENTIFICACIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO VALIDADO

Nombre completo del método: Determinación de % de Cenizas Método de referencia: AOAC 923.03 y 942.05 Procedimiento interno: PROC – TC - 051					
Tipo de método:	Cualitativo		Cuantitativo	X	
Origen del método	Normalizado	X	No Normalizado		Otro
	Normalizado modificado		Interno		
<ul style="list-style-type: none"> • Analito: Cenizas • Unidades: % Matrices: <ul style="list-style-type: none"> • Frutas • Cacao y derivados • Confitería • Cereales y productos derivados • Leche y productos derivados • Legumbres • Sal • Nueces y semillas • Aceites y grasas • Carne • Aditivos 			Responsables por la validación		
			Responsable	Firma	
			Ferney Ruiz		
			John Franco		
			Fecha de entrega del informe de la validación: Enero 31 de 2018		

PARÁMETROS DE VALIDACIÓN

Selectividad		Linealidad / intervalo de trabajo	X
Sensibilidad		Límite de detección	
Límite de cuantificación		Veracidad	
Repetibilidad	X	Reproducibilidad	X
Robustez	X	Otro	

	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-051-01

Informe de verificación del análisis de Cenizas

AOXLAB S.A.S.


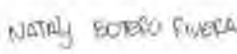
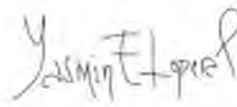
*** PROC – TC – 051 Procedimiento de ensayo cenizas**

	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-051-01 Informe de verificación del método cenizas


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 – 051 Procedimiento de ensayo cenizas

	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 análisis de cenizas en alimentos

ICR-TC-051-01
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

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 Precisión- Reproducibilidad y repetibilidad.....	10
7.1.3 Exactitud.....	29
7.1.4 Robustez.....	30
8. CONCLUSIONES DE LA VALIDACIÓN.....	30
9. INFORME.....	30
9.1 Firmas del personal de validación.....	30
10. RESPONSABILIDADES.....	31
10.1 Líder de Calidad.....	31
10.2 Líder de Laboratorio.....	31
10.3 Analistas.....	31
11. FORMATOS RELACIONADOS.....	31
12. ANEXOS.....	31

	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 verificación del método analítico PROC – TC – 051 procedimiento de ensayo cenizas aplicado el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 923.03 y 942.05., de acuerdo con el diseño experimental y criterios de aceptación establecidos en el PROC-TC-013 **PLN-TC-051-01** Plan de Validación o Verificación del método cenizas y 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-051 Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales siguiendo fielmente el diseño experimental establecido para las matrices en PROC-TC-013 **PLN-TC-051-01** Plan de Validación o Verificación del método cenizas 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.

Conjunto de detección [9].

Combinación de placas o tubos en los que se basa la estimación cuantitativa de la concentración microbiana en una muestra.

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

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

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

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 con 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 – 051 procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 923.03 y 942.05...

5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.

Las características deseables del método de ensayo PROC – TC – 051 procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales fueron consignadas en el numeral 5 del plan de validación PROC-TC-013, **PLN-TC-051-01** Plan de Validación o Verificación del método cenizas.

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, fueron consignados en el numeral 6 del plan de validación PROC-TC-013 **PLN-TC-051-01** Plan de Validación o Verificación del método cenizas.

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo del método	0 -100	%
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 5%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 8%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 6%	%
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 del método	0 -100	%	SI
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 5%	%	CUMPLE
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 8%	%	CUMPLE
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 6%	%	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 cenizas para evaluar el rango de 0 -100%.

En la siguiente tabla se presenta el resumen de los resultados promedio de cenizas obtenidos.

Muestra	% Cenizas Promedio	C.V % Repetibilidad	C.V % Reproducibilidad
Arándanos secos_Lote: X 13:22D1	0,1652	7,7542%	6,3692%
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,5474	6,2737%	5,5496%
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	0,5820	1,8247%	2,3738%
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	0,7344	4,0248%	3,4397%
Queso crema_Lote: 2937023501	1,2773	2,9923%	3,4656%
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	1,5472	2,1692%	1,7769%
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	1,6111	6,2517%	5,1066%

	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	% Cenizas Promedio	C.V % Repetibilidad	C.V % Reproducibilidad
Granola_Lote: 7186082709 15:12	2,5204	4,8298%	4,4276%
Margarina Vegetal con Canola Lote: 14 B43	2,5367	2,3683%	1,9338%
Choco express con azúcar Lote: 9900058935	2,6672	5,0141%	5,1603%
Proteína Vegetal Nutrilite Lote 61206V7A 16.28	3,7769	4,9501%	4,0917%
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	6,3642	5,9641%	4,8704%
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	6,4156	0,8695%	0,9565%
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	7,3914	1,5730%	2,1951%
Oxido de Zinc_Lote BCBN1754V	99,8604	0,1009%	0,1252%
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	99,8692	0,0378%	0,0720%

La tabla anterior muestra que la precisión obtenida sobre las diferentes matrices cumple con el requisito establecido para dicho parámetro en el plan de validación en el rango comprendido entre 0 y 100 %. por tanto, es posible concluir que el método es aplicable en dicho intervalo y por tanto el atributo rango de aplicación se aprueba.

7.1.2 Precisión- Reproducibilidad y repetibilidad

Los resultados obtenidos por cada matriz evaluada están consignados en el Registro de validaciones SOFT-TC-010 Registro verificaciones para la determinación de Cenizas Totales 2018-01.

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

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

Cenizas %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Agua HPLC_Lote 1	0,00	0,03
Agua HPLC_Lote 1	0,00	0,00
Agua HPLC_Lote 1	0,00	0,02
Agua HPLC_Lote 1	0,03	0,00
Agua HPLC_Lote 1	0,00	0,03
Agua HPLC_Lote 1	0,02	0,02

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	0,049998	0,008332917	0,000177
WFRP	6	0,099994	0,016665667	0,000187

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Entre grupos	0,0002083	1	0,000208304	1,146747	0,309395794
Dentro de los grupos	0,0018165	10	0,000181648		
Total	0,0020248	11			

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	107,8275%
C.V % Reproducibilidad	110,4333%

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

Cenizas % Muestra	Analista	
	JMFR	WFRP
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	2,68	2,76
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	2,73	2,77
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	2,67	2,459
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	2,45	2,76
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	2,45	2,78
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	2,76	2,74

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	15,75176	2,625293054	0,019433
WFRP	6	16,25446	2,709077004	0,016337

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Entre grupos	0,0210593	1	0,021059251	1,17748	0,303336003
Dentro de los grupos	0,1788502	10	0,017885024		
Total	0,1999095	11			

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	5,0141%
C.V % Reproducibilidad	5,1603%

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

Cenizas %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	1,68	1,63
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	1,72	1,63
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	1,70	1,46
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	1,46	1,68
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	1,63	1,64
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	1,46	1,63


Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	9,659349	1,609891561	0,014365
WFRP	6	9,673384	1,612230619	0,005924

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Entre grupos	1,641E-05	1	1,64136E-05	0,001618	0,968705927
Dentro de los grupos	0,1014432	10	0,010144315		
Total	0,1014596	11			

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

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	6,2517%
C.V % Reproducibilidad	5,1066%

Cenizas %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Granola_Lote: 7186082709 15:12	2,40	2,45
Granola_Lote: 7186082709 15:12	2,564	2,51
Granola_Lote: 7186082709 15:12	2,58	2,84
Granola_Lote: 7186082709 15:12	2,45	2,56
Granola_Lote: 7186082709 15:12	2,56	2,46
Granola_Lote: 7186082709 15:12	2,40	2,45


Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	14,97017	2,495027644	0,006991
WFRP	6	15,2746	2,545766922	0,022646

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Entre grupos	0,0077234	1	0,007723423	0,521216	0,486862009
Dentro de los grupos	0,1481809	10	0,014818093		
Total	0,1559044	11			

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

Evaluación de la precisión


C.V % Repetibilidad	4,8298%
C.V % Reproducibilidad	4,4276%

Cenizas % Muestra	Analista	
	JMFR	WFRP
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	1,56	1,56
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	1,51	1,58
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	1,54	1,56
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	1,56	1,51
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	1,51	1,56
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	1,58	1,51

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
1,564296067	5	7,71239	1,542477902	0,001116
1,564843516	5	7,724462	1,544892316	0,001127

	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>
Entre grupos	1,457E-05	1	1,45735E-05	0,012998	0,912041733
Dentro de los grupos	0,00897	8	0,00112125		
Total	0,0089846	9			

Evaluación de la precisión


C.V % Repetibilidad	2,1692%
C.V % Reproducibilidad	1,7769%

Cenizas %	Analista	
	JMFR	WFRP
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	6,38	6,40
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	6,41	6,39
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	6,42	6,58
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	6,39	6,41
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	6,39	6,42
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	6,38	6,41

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
6,382128042	5	31,98977	6,397954067	0,000284
6,399680016	5	32,21518	6,443035577	0,005949

	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>
Entre grupos	0,0050809	1	0,005080856	1,630412	0,237459003
Dentro de los grupos	0,0249304	8	0,003116301		
Total	0,0300113	9			

Evaluación de la precisión


C.V % Repetibilidad	0,8695%
C.V % Reproducibilidad	0,9565%

Cenizas %	Analista	
	JMFR	WFRP
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	0,72	0,71
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	0,76	0,71
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	0,78	0,77
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	0,70	0,76
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	0,72	0,72
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	0,72	0,71

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	4,428977	0,738162771	0,000898
WFRP	6	4,384218	0,730702948	0,000849

	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>
Entre grupos	0,0001669	1	0,000166947	0,191063	0,671321433
Dentro de los grupos	0,0087378	10	0,000873778		
Total	0,0089047	11			

Evaluación de la precisión


C.V % Repetibilidad	4,0248%
C.V % Reproducibilidad	3,4397%

Cenizas %	Analista	
	JMFR	WFRP
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	2,51	2,57
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	2,58	2,61
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	2,55	2,45
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	2,57	2,58
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	2,55	2,45
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	2,45	2,55

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	15,22133	2,536887926	0,002332
WFRP	6	15,2191	2,536517053	0,004886

	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>
Entre grupos	4,126E-07	1	4,1264E-07	0,000114	0,991679123
Dentro de los grupos	0,0360924	10	0,003609239		
Total	0,0360928	11			

Evaluación de la precisión


C.V % Repetibilidad	2,3683%
C.V % Reproducibilidad	1,9338%

Cenizas %	Analista	
	JMFR	WFRP
Oxido de Zinc_Lote BCBN1754V	99,74	99,92
Oxido de Zinc_Lote BCBN1754V	99,97	99,94
Oxido de Zinc_Lote BCBN1754V	99,75	99,90
Oxido de Zinc_Lote BCBN1754V	99,74	99,98
Oxido de Zinc_Lote BCBN1754V	99,720	99,77
Oxido de Zinc_Lote BCBN1754V	99,97	99,92

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	598,8803	99,81338324	0,014788
WFRP	6	599,445	99,907504	0,005517

	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>
Entre grupos	0,0265762	1	0,026576155	2,617763	0,136743819
Dentro de los grupos	0,1015224	10	0,010152237		
Total	0,1280985	11			

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,1009%
C.V % Reproducibilidad	0,1252%

Cenizas %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	5,84	6,29
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	6,345	6,35
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	7,26	6,56
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	6,56	6,34
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	5,84	6,29
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	6,35	6,34

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	38,20084	6,366805868	0,277497
WFRP	6	38,16932	6,36155294	0,010645


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>
Entre grupos	8,278E-05	1	8,27797E-05	0,000575	0,981347859
Dentro de los grupos	1,4407093	10	0,144070932		
Total	1,4407921	11			

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	5,9641%
C.V % Reproducibilidad	4,8704%

Cenizas %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	3,82	3,90
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	3,82	3,43
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	3,78	3,87
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	3,87	3,90
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	3,82	3,78
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	3,43	3,87

	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>
3,818663468	5	18,73657	3,747314565	0,031537
3,9	5	18,86789	3,773578372	0,037763

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>
Entre grupos	0,0017245	1	0,001724469	0,049769	0,829057287
Dentro de los grupos	0,277198	8	0,03464975		
Total	0,2789225	9			

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	4,9501%
C.V % Reproducibilidad	4,0917%

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

Cenizas % Muestra	Analista	
	JMFR	WFRP
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,57	0,57
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,57	0,51
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,58	0,58
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,51	0,51
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,51	0,57
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,51	0,58


Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	3,249572	0,541595354	0,001212
WFRP	6	3,319701	0,553283422	0,001147

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Entre grupos	0,0004098	1	0,000409833	0,347445	0,568640231
Dentro de los grupos	0,0117956	10	0,001179562		
Total	0,0122055	11			

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

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	6,2737%
C.V % Reproducibilidad	5,5496%

Cenizas % Muestra	Analista	
	JMFR	WFRP
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	7,21	7,4
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	7,34	7,65
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	7,36	7,54
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	7,34	7,40
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	7,34	7,54
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	7,36	7,21


Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	43,95382	7,325636704	0,00355
WFRP	6	44,74329	7,457215078	0,023487

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Entre grupos	0,0519386	1	0,051938606	3,842031	0,078421915
Dentro de los grupos	0,1351853	10	0,013518527		
Total	0,1871239	11			

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

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,5730%
C.V % Reproducibilidad	2,1951%

Cenizas %	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Queso crema_Lote: 2937023501	1,28	1,29
Queso crema_Lote: 2937023501	1,28	1,32
Queso crema_Lote: 2937023501	1,32	1,20
Queso crema_Lote: 2937023501	1,28	1,20
Queso crema_Lote: 2937023501	1,28	1,28
Queso crema_Lote: 2937023501	1,32	1,28


Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	7,758121	1,293020095	0,000424
WFRP	6	7,56975	1,261625002	0,002498

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Entre grupos	0,002957	1	0,002956955	2,024154	0,185252454
Dentro de los grupos	0,0146083	10	0,001460835		
Total	0,0175653	11			

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

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	2,9923%
C.V % Reproducibilidad	3,4656%

Cenizas % Muestra	Analista	
	JMFR	WFRP
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	99,82	99,93
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	99,84	99,89
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	99,88	99,86
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	99,83	99,86
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	99,78	99,93
Sal de alta Pureza REFISAL Lote L70726/3131	99,87	99,94


Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	599,0203	99,83671102	0,001514
WFRP	6	599,4101	99,90167691	0,001336

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Entre grupos	0,0126617	1	0,012661701	8,883609	0,013794985
Dentro de los grupos	0,0142529	10	0,001425288		
Total	0,0269146	11			

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

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,0378%
C.V % Reproducibilidad	0,0720%

Cenizas % Muestra	Analista	
	JMFR	WFRP
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	0,59	0,57
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	0,57	0,59
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	0,59	0,57
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	0,59	0,57
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	0,57	0,57
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	0,59	0,57


Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	3,524126	0,587354266	0,000139
WFRP	6	3,459596	0,576599347	8,66E-05

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Entre grupos	0,000347	1	0,000347005	3,077199	0,10993224
Dentro de los grupos	0,0011277	10	0,000112766		
Total	0,0014747	11			

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

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,8247%
C.V % Reproducibilidad	2,3738%

Muestra	JMFR	WFRP
Cenizas %	Analista	
Arándanos secos_Lote: X 13:22D1	0,17	0,16
Arándanos secos_Lote: X 13:22D1	0,19	0,17
Arándanos secos_Lote: X 13:22D1	0,15	0,16
Arándanos secos_Lote: X 13:22D1	0,17	0,17
Arándanos secos_Lote: X 13:22D1	0,15	0,17
Arándanos secos_Lote: X 13:22D1	0,17	0,15


Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	0,994788	0,165797928	0,000234
WFRP	6	0,9879	0,164650028	9,46E-05

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Entre grupos	3,953E-06	1	3,95302E-06	0,024083	0,879761166
Dentro de los grupos	0,0016414	10	0,00016414		
Total	0,0016454	11			

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

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	7,7542%
C.V % Reproducibilidad	6,3692%


Como se discutió en el atributo rango de aplicación, la repetibilidad y la reproducibilidad obtenidas para las diferentes matrices se encuentran acorde con los criterios establecidos en el correspondiente plan de validación y por tanto el parámetro precisión se aprueba

7.1.3 Exactitud

La exactitud se evaluó a través del sesgo obtenido, expresado como error relativo porcentual (b%), en el análisis del material de referencia CER-05_Lote: 0, correspondiente a la matriz cereal. Este material fue analizado por dos analistas y los resultados se muestran en seguida:

Muestra	Resultado	Analista	b%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,699	JMFR	1,4%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,67	JMFR	1,7%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,69	JMFR	1,5%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,68	JMFR	1,6%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,70	JMFR	1,4%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,72	JMFR	1,2%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,67	WFRP	1,7%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,72	WFRP	1,2%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,67	WFRP	1,6%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,69	WFRP	1,5%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,70	WFRP	1,4%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	11,69	WFRP	1,5%

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.

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

7.1.4 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 ningún caso supera el valor crítico de F al ejecutarse el ensayo por los dos analistas sobre las matrices la totalidad de las muestras evaluadas. Este hallazgo indica que el ensayo tal y como se ejecuta en AOXLAB S. A. S., no es sensible ante el cambio de analista y 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
Directora técnica

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

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-010 Registro verificaciones para la determinación de Cenizas Totales 2018-01.

12. ANEXOS.

No aplica