

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

# **PLN-TC-053-01**

## **Plan de verificación de fósforo en alimentos**

**AOXLAB S.A.S.**

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

## DOCUMENTO CONTROLADO

### PLN-TC-053-01 Plan de verificación de fósforo en alimentos

Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
<b>Elaboró:</b>	Mabel Elena Ávila Correa	Líder Calidad		2017/08/01
<b>Revisó:</b>	Yasmin Eliana Lopera Pérez	Director Técnico		
<b>Aprobó:</b>	Yasmin Eliana Lopera Pérez	Gerente		
<b>Localización del documento:</b>				


### Control de Cambios

Estado	Fecha de inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Vigente	2017/08/01	0	Ninguno (versión original).	MEAC	YELP	YELP

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

## ÍNDICE

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

	<b>Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-013
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 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 – 053 procedimiento de ensayo fósforo, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 931.01 y 965.17.

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

- Cereales y productos derivados
- Cacao y derivados
- Confitería
- Leche y productos lácteos
- Frutas

La verificación del procedimiento analítico se realizará atendiendo los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2005.

### **1.2 Alcance.**

Aplica para la verificación del procedimiento analítico PROC – TC – 053 procedimiento de ensayo fósforo 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.

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

### 3. REFERENCIAS.

- [1] PROC – TC – 012. Procedimiento para la validación o confirmación de métodos analíticos.
- [2] PROC – TC – 053. Procedimiento de ensayo fósforo

### 4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A CONFIRMAR.

La determinación espectrofotométrica de fósforo en alimentos se realiza calcinando una porción suficiente de muestra en una mufla a 600 C. hasta peso constante. Una vez obtenidas las cenizas, estas se disuelven en agua con ácido clorhídrico y nítrico.

Se toma una porción apropiada de la disolución y se desarrolla color a la misma con una solución de molibdato de amonio y metavanadato de amonio. Se preparan patrones de calibración entre 0.5 y 1.5 mg P y la absorbancia de las muestras y patrones de calibración es leída en un espectrofotómetro a 400 nm.

Se elabora una curva de calibración de concentración de fósforo vs absorbancia y se interpola la absorbancia de la muestra en dicha curva.

### 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 (16 – 22.000 mgP / 100g)

### 6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.

#### 6.1 CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO A EVALUAR

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

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

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo del método	16 – 22 000	mg P/100g
Intervalo de trabajo instrumental	0.5 – 1.5	mg P
Límite de cuantificación	A determinar	mg P/100g
Límite de detección	A determinar	mg P/100g
Exactitud* (Veracidad)	E. R. % máximo 15%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 10%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 15%	%
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	

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

realizará partiendo de un estándar de fósforo preparado en el laboratorio, sobre cada matriz y se aplicará sobre ellas el método analítico completo (incluyendo la calcinación).

## 6.2 DISEÑO EXPERIMENTAL

Los parámetros son determinados de acuerdo con las siguientes instrucciones: Se analizarán seis lotes de ítems de ensayo cada uno en un día diferente. Los primeros tres 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	Cereales y productos derivados
0074-18	KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	Evaluación del límite superior del rango
1249-17	MR CER-05 - API	Cereales y productos derivados
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 lácteos
1461-17	Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada Lote: 25117	Frutas

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

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

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

EQUIPO	ID	FUNCIONAMIENTO	CALIBRACIÓN
Balanza analítica radwag	006	Si	Cumple
Muffla	084	Si	Cumple
Espectroquant	177	Si	Cumple
Probeta	Sin ID	Si	Cumple
Balón volumétrico	Sin ID	Si	Cumple

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

MATERIAL	ID	CANTIDAD	ESTADO	CALIBRACIÓN
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
Ammonium Molybdate	LOBA VHEMIE	B193111702	01-2022
Ammonium metavanadate	PANREAC	758014	02-2022
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	CARLO ERBA	V2G727133M	11-2019
Ácido Clorhídrico 37%	MERCK	K44166117	04-2020

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

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.

## 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.

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

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-047 Formato de informe de confirmación de método analítico.

## 12. ANEXOS.

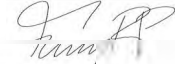
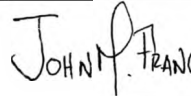
ANEXO 1: Ficha resumen del plan de validación (Página siguiente)

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

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


## ANEXO 1: FICHA RESUMEN DEL PLAN DE VALIDACION

### IDENTIFICACIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO VALIDADO

<b>Nombre completo del método:</b> Determinación de % de humedad <b>Método de referencia:</b> AOAC 931.01 y 965.17 <b>Procedimiento interno:</b> PROC – TC - 053							
<b>Tipo de método:</b>	Cualitativo		Cuantitativo	X			
<b>Origen del método</b>	Normalizado	X	No Normalizado		Otro		
	Normalizado modificado		Interno				
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Analito:</b> Fósforo</li> <li>• <b>Unidades:</b> mg/100g</li> <li>• <b>Matrices:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Cereales y productos derivados</li> <li>• Cacao y derivados</li> <li>• Confitería</li> <li>• Leche y productos lácteos</li> <li>• Frutas,</li> </ul> </li> </ul>			<b>Responsables por la validación</b>				
			<b>Responsable</b>		<b>Firma</b>		
			Ferney Ruiz				
			John Franco				
			<b>Fecha de entrega del informe de la validación:</b> Julio 31 de 2018				

### PARÁMETROS DE VALIDACIÓN

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

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


## **DOCUMENTO CONTROLADO**

# **ICR-TC-053-01**

# **Informe de verificación del análisis de Fósforo**

## **AOXLAB S.A.S.**


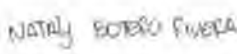
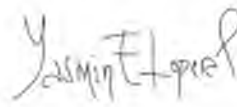
**\* PROC – TC – 053 Procedimiento de ensayo fósforo**

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

# DOCUMENTO CONTROLADO

## ICR-TC-053-01 Informe de verificación del método fósforo

Copia controlada No.: 1

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

### 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 – 053 Procedimiento de ensayo fósforo


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

# **Informe de verificación del análisis de fósforo en alimentos**

**ICR-TC-053-01**  
2018/07/31

**FOR-TC-047**


**AOXLAB S.A.S**

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

## ÍNDICE

### Contenido

<b>1. OBJETIVO Y ALCANCE.....</b>	<b>5</b>
<b>1.1 Objetivo.....</b>	<b>5</b>
<b>1.2 Alcance.....</b>	<b>5</b>
<b>2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.....</b>	<b>5</b>
<b>2.1 Definiciones.....</b>	<b>5</b>
<b>2.2 Notaciones.....</b>	<b>7</b>
<b>3. REFERENCIAS.....</b>	<b>7</b>
<b>4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A VALIDAR.....</b>	<b>8</b>
<b>5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.....</b>	<b>8</b>
<b>6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.....</b>	<b>8</b>
<b>7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.....</b>	<b>9</b>
<b>7.1 RESULTADOS OBTENIDOS.....</b>	<b>9</b>
<b>7.1.1 Rango Lineal.....</b>	<b>9</b>
<b>7.1.2 Límite de detección y cuantificación.....</b>	<b>11</b>
<b>7.1.3 Precisión- Reproducibilidad y repetibilidad.....</b>	<b>12</b>
<b>7.1.4 Exactitud Sesgo.....</b>	<b>21</b>
<b>7.1.5 Robustez.....</b>	<b>22</b>
<b>8. CONCLUSIONES DE LA VALIDACIÓN.....</b>	<b>22</b>
<b>9. INFORME.....</b>	<b>23</b>
<b>9.1 Firmas del personal de validación.....</b>	<b>23</b>
<b>10. RESPONSABILIDADES.....</b>	<b>23</b>
<b>10.1 Líder de Calidad.....</b>	<b>23</b>
<b>10.2 Líder de Laboratorio.....</b>	<b>23</b>
<b>10.3 Analistas.....</b>	<b>23</b>
<b>11. FORMATOS RELACIONADOS.....</b>	<b>23</b>
<b>12. ANEXOS.....</b>	<b>23</b>

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

## **1. OBJETIVO Y ALCANCE.**

### **1.1 Objetivo.**

Evaluar los resultados obtenidos del ejercicio de verificación del método analítico PROC – TC – 053 procedimiento de ensayo fósforo aplicado el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 965.17, de acuerdo con el diseño experimental y criterios de aceptación establecidos en el mismo y en **PLN-TC-053-01** Plan de Validación o Verificación del método fósforo 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 Fósforo en las matrices establecidas y siguiendo fielmente el diseño experimental establecido en el **PLN-Plan de Verificación TC-053-01** del método fósforo 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

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 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.

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 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

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 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](http://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 – 053 procedimiento de ensayo Determinación de Fósforo, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 965.17.

#### 5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.


Las características deseables del método de ensayo PROC – TC – 051 procedimiento de ensayo Determinación de Fósforo Totales fueron consignadas en el numeral 5 del plan de validación y fueron evaluados siguiendo el procedimiento para validación de métodos analíticos, PROC-TC-012, de acuerdo con lo establecido en **PLN-TC-053-01** Plan de Validación o Verificación del método fósforo.

#### 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
Linealidad instrumental	0.5 – 1.5	mg P/100 g
Rango de trabajo	16 - 22 000	mg P/100 g
Límite de detección	A determinar	mg P/100g
Límite de cuantificación	A determinar	mg P/100g
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 15%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 10%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 15%	%
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	

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

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

## 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.

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES	CUMPLE SI/NO
Linealidad instrumental	0.5 – 1.5	mg P/100g	CUMPLE
Límite de detección (LOD)	A determinar	mg P / 100g	
Límite de cuantificación (LOQ)	A determinar	mg P / 100g	
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 15%	13.8%	CUMPLE
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 10%	6.3%	CUMPLE
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 15%	10.8%	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


#### 7.1.1 Rango Lineal

El rango lineal se evaluó en el intervalo de 0.5 – 1.5 mg P/ 100 g. para ello se prepararon estándares de calibración de valores nominales 0.5, 0.8, 1.0, 1.2 y 1.5 mg P/100 g y se leyeron en el espectrofotómetro.

Con los datos obtenidos, se realizó el contraste estadístico F para comprobar la homogeneidad de varianzas a lo largo del rango, cuyos resultados se muestran en seguida:

CONCENTRACION mg/L P	VARIANZA
0,5	7,69595E-05
1,5	0,000316746
<b>Fcalc =</b>	4,115745217
<b>Ftabla =</b>	6,992832779

Los resultados muestran que el valor de F calculado es menor que el valor crítico de F. por lo tanto se acepta la hipótesis nula, la cual es que no existen diferencias en la varianza calculada para el nivel de concentración de 0.5 mg P/ 100g y el nivel de 1.5 mg P/ 100g. Por tanto, se acepta que las varianzas son homogéneas en el rango de calibración.

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

Los resultados del análisis de regresión se muestran a continuación:

#### Resumen

<i>Estadísticas de la regresión</i>	
Coeficiente de correlación múltiple	0,9982
Coeficiente de determinación R <sup>2</sup>	0,9965
R <sup>2</sup> ajustado	0,9964
Error típico	0,0178
Observaciones	40


#### ANÁLISIS DE VARIANZA

	<i>Grados de libertad</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Valor crítico de F</i>
Regresión	1	3,3853	3,3853	10667,5084	0,0000
Residuos	38	0,0121	0,0003		
Total	39	3,3974			

	<i>Coefficientes</i>	<i>Error típico</i>	<i>Estadístico t</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Inferior 95%</i>	<i>Superior 95%</i>
Intercepción	0,0050	0,0087	0,5752	0,5686	-0,0127	0,0227
CONCENTRACION mg/L P	0,8542	0,0083	103,2836	0,0000	0,8374	0,8709

La ecuación de la curva que mejor se ajusta a los datos experimentales es  $Abs = 0.8542 \times C + 0.005$ , donde C corresponde a la cantidad de fósforo presente en unidades de mg P/100 g. El valor obtenido para el coeficiente de correlación, el cual está bastante próximo a 1, muestra la alta correlación lineal entre la concentración y la absorbancia obtenida. Por su parte, el coeficiente de determinación, indica que el 99.65% de la variabilidad en la absorbancia es explicada por la variación de la concentración en el modelo de regresión.

El valor de F obtenido de los cálculos ANOVA, es considerablemente mayor al valor crítico de F. esto indica que la varianza debida a la regresión es mayor que la variación causada por los errores experimentales, lo que corrobora la existencia de una pendiente estadísticamente diferente de cero. **Por lo anterior, se declara que el atributo rango lineal se aprueba.**

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

Se evaluaron matrices que pertenecieran a los principales grupos alimentarios y que tuvieran contenidos bajos, intermedio y altos de fósforo para evaluar el rango 16 – 22 000 mg P/100g

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


Muestra	Promedio mg P/ 100g	Reproducibilidad
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	255,53	8,43%
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	16,96	0,56%
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	178,18	8,50%
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	113,67	1,42%
Granola_Lote: 7186082709 15:12	290,71	8,49%
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	432,64	2,07%
CER-05_Lote: 0	318,88	3,52%
KH2PO4	21417,80	4,63%

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 16.96 y 21 417 mg P/100 g. por tanto es posible concluir que el método es aplicable en dicho intervalo y por tanto el atributo rango de aplicación se aprueba.

Tal como se observa en los resultados el LOD y el LQD va a depender de cada matriz evaluada y de su respectivo contenido de fósforo.

### 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 agua grado HPLC en condiciones de reproducibilidad. Estas equivalen a una matriz líquida sin contenido de fósforo. (Blanco de matriz). Los resultados obtenidos se muestran a continuación:

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


MUESTRA		RESULTADO mg P/100g
0074-18	Agua HPLC Lote 1	0,16725904
0074-18	Agua HPLC Lote 1	0,13470069
0074-18	Agua HPLC Lote 1	0,18548299
0074-18	Agua HPLC Lote 1	-0,02001024
0074-18	Agua HPLC Lote 1	-0,01046404
0074-18	Agua HPLC Lote 1	-0,05682774
	<b>Promedio</b>	0,06669012
	<b>D. S.</b>	0,10731046
	<b>LOD</b>	0,32193137
	<b>LOQ</b>	1,07310455

Con los resultados anteriores, se establece que el LOD para el ensayo es de 0.32 mg P/ 100g y el LOQ se fija en 1.07 mg P/ 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-015 Registro verificaciones para la determinación de Fósforo 2018-01.

En él se detallan para cada matriz evaluada:

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

Fosforo mg P/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
CER-05 Lote: 0	322,70	325,29
CER-05 Lote: 0	307,24	327,73
CER-05 Lote: 0	306,30	324,00

Análisis de  
varianza de un  
factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	936,246	312,082	84,800
WFRP	3	977,020	325,673	3,572

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F
Entre grupos	277,081	1	277,081	6,271	7,709
Dentro de los grupos	176,744	4	44,186		
Total	453,825	5			

Evaluación de la  
precisión

C.V %	
Repetibilidad	2,085%
C.V %	
Reproducibilidad	3,461%

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

Fosforo mg P/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
<b>Muestra</b>		
Choco express con azúcar Lote: 9900058935	420,86	453,96
Choco express con azúcar Lote: 9900058935	422,51	442,03
Choco express con azúcar Lote: 9900058935	424,27	432,19

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	1267,641	422,547	2,898 118,8
WFRP	3	1328,186	442,729	49

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F
Entre grupos	610,956	1	610,956	10,03 7	7,709
Dentro de los grupos	243,494	4	60,873		
Total	854,449	5			

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,80%
C.V % Reproducibilidad	3,61%

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

Fosforo mg P/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	113,07	114,30
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	111,46	114,68
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	113,47	115,06

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	337,9995	112,6665	1,1341
WFRP	3	344,0305	114,6768	0,1449

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F
Entre grupos	6,0621	1	6,0621	9,4797	7,7086
Dentro de los grupos	2,5579	4	0,6395		
Total	8,6201	5			

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,70%
C.V % Reproducibilidad	1,38%

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

Fosforo mg P/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Granola_Lote: 7186082709 15:12	266,44	310,14
Granola_Lote: 7186082709 15:12	270,93	313,38
Granola_Lote: 7186082709 15:12	269,99	313,41

Análisis de varianza  
de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	807,359	269,120	5,609
WFRP	3	936,922	312,307	3,530

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F
Entre grupos	2797,738	1	2797,738	612,25 8	7,709
Dentro de los grupos	18,278	4	4,570		
Total	2816,016	5			

Evaluación de la  
precisión

C.V % Repetibilidad	0,74%
C.V % Reproducibilidad	10,52%

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

Fosforo mg P/100g	Analista	
	Muestra	JMFR
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	21921,83	20997,94
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	22069,96	20544,49
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	21995,12	21066,93
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	21846,80	21136,29
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	21845,70	20548,60
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	21997,32	21132,06

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	131676,74	21946,12	8179,76
WFRP	6	125426,30	20904,38	79378,14

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F
Entre grupos	3255670,7	1	3255670,68	74,37	4,96
Dentro de los grupos	437789,5	10	43778,95		
Total	3693460,2	11			

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,98%
C.V % Reproducibilidad	3,55%

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

Fosforo mg P/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Leche condensada azucarada semidescremada Lote: 72240464	160,06	191,062
Leche condensada azucarada semidescremada Lote: 72240464	159,35	191,60
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	175,98	191,04

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	495,39	165,13	88,46
WFRP	3	573,70	191,23	0,10

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F
Entre grupos	1022,204	1	1022,204	23,086	7,709
Dentro de los grupos	177,111	4	44,278		
Total	1199,316	5			

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	3,73%
C.V % Reproducibilidad	10,80%

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

Fosforo mg P/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada Lote: 25117	16,87	16,87
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada Lote: 25117	16,92	16,92
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	17,09	17,09

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	50,888	16,963	0,013
WFRP	3	50,888	16,963	0,013

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F
Entre grupos	-6,939E-18	1	-6,94E-18	-5,44E-16	7,71E+00
Dentro de los grupos	5,097E-02	4	1,27E-02		
Total	5,097E-02	5			

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,67%
C.V % Reproducibilidad	0,54%

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

Fosforo mg P/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
<b>Muestra</b>		
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	273,42	265,76
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	242,96	247,704
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	254,26	246,90
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	246,16	289,78
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	248,58	276,75
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	225,72	248,46

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	1491,094	248,516	241,821
WFRP	6	1575,352	262,559	323,433

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F
Entre grupos	591,613	1	591,613	2,093	4,965
Dentro de los grupos	2826,269	10	282,627		
Total	3417,883	11			

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	6,58%
C.V % Reproducibilidad	7,15%


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

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

#### 7.1.4 Exactitud Sesgo

La exactitud se evaluó a través del sesgo obtenido, expresado como error relativo porcentual (b%), en el análisis de los materiales de referencia SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal y CER-05\_Lote: 0, correspondientes a la matriz cereal. Estos materiales fueron analizados por dos analistas y los resultados se muestran en seguida:

<b>Muestra</b>	<b>Resultado (mg P/100g)</b>	<b>b%</b>	<b>Analista</b>
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	273,42	5,5%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	242,96	6,3%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	254,26	1,9%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	246,16	5,0%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	248,58	4,1%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	225,72	12,9%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	265,76	2,5%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	247,70	4,4%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	246,90	4,7%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	289,78	11,8%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	276,75	6,8%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	248,46	4,1%	WFRP

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

<b>Muestra</b>	<b>Resultado (mg P/100g)</b>	<b>b%</b>	<b>Analista</b>
CER-05 Lote: 0	322,70	<b>9,2%</b>	JMFR
CER-05 Lote: 0	307,24	<b>13,6%</b>	JMFR
CER-05 Lote: 0	306,30	<b>13,8%</b>	JMFR
CER-05 Lote: 0	325,29	<b>8,5%</b>	WFRP
CER-05 Lote: 0	327,73	<b>7,8%</b>	WFRP
CER-05 Lote: 0	324,00	<b>8,9%</b>	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 supera el valor crítico de F al ejecutarse el ensayo por los dos analistas sobre las matrices Choco express con azúcar\_Lote: 9900058935, Galletas Dulces saborizadas\_Lote: L2017 14 M3 17 093 05, Granola\_Lote: 7186082709 15:12, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> y Leche condensada azucarada semidescremada\_Lote: 72240464. Este hallazgo indica que el ensayo tal y como se ejecuta en AOXLAB S. A. S., es sensible ante el cambio de analista. No obstante, a pesar de las diferencias significativas encontradas entre los resultados reportados por los analistas, el método cumple el criterio de precisión. Por lo anterior, el atributo robustez no 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, haciendo salvedad, que el método es sensible al cambio de analista y por tanto debe controlarse este factor para lograr el desempeño aceptable del método.

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

## 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:



Nombre y firma  
Analistas

Revisó:



Nombre y firma  
Líder laboratorio

Aprobó:



Nombre y firma  
Directora técnica

## 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-015 Registro verificaciones para la determinación de Fósforo .

## 12. ANEXOS.

No aplica