	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-059-01

Informe de verificación del ensayo de Gluten

AOXLAB S.A.S.



* PROC – TC – 059 procedimiento de ensayo gluten

	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-059-01 Informe de verificación del método gluten


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	2018/01/10	1	Ninguno (versión original).	NBR	YELP	YELP

* PROC – TC – 059 procedimiento de ensayo gluten

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


Informe de verificación del ensayo de gluten

ICR-TC-059-01
2018/07/31


FOR-TC-047

AOXLAB S.A.S

ÍNDICE

	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.....	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.....	9
7.1 RESULTADOS OBTENIDOS POR CADA MATRIZ EVALUADA.....	9
7.1.1 Precisión.....	9
7.1.2 Exactitud.....	9
7.1.3 Robustez.....	10
8. CONCLUSIONES DE LA VALIDACIÓN.....	11
9. INFORME.....	11
9.1 Firmas del personal de validación.....	11
10. RESPONSABILIDADES.....	11
10.1 Líder de Calidad.....	11
10.2 Líder de Laboratorio.....	11
10.3 Analistas.....	11
11. FORMATOS RELACIONADOS.....	11
12. ANEXOS.....	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

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Evaluar los resultados obtenidos del ejercicio de validación / verificación del método analítico PROC – TC – 059 procedimiento de ensayo gluten, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 2012.01, de acuerdo con el diseño experimental y criterios de aceptación establecidos en el mismo 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, analítico PROC – TC – 059 procedimiento de ensayo gluten siguiendo fielmente el diseño experimental establecido en **PLN-TC-059-01** Plan de Validación o Verificación del método gluten 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 intervalo de respuesta lineal. Dentro de este intervalo lineal de respuesta habrá una relación lineal con la concentración del analito.

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

Límite de cuantificación [6].

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

Límite de detección [6].

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

Material de referencia certificado [3].

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

Precisión [3].

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

Procedimiento [2].

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

Recuperación [6].

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

Repetibilidad [3].

Precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de repetibilidad.

Reproducibilidad [3].

Precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de reproducibilidad

Robustez [6].

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


Selectividad [6].

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

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

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

Sensibilidad [6].

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

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
- [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.

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

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

[9] ISO/TR 13843:2000 Water quality — Guidance on validation of microbiological methods.

4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A VALIDAR.

PROC – TC – 059 procedimiento de ensayo gluten, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 2012.01.

5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.


Las características deseables del método de ensayo PROC – TC – 059 procedimiento de ensayo gluten fueron consignadas en el numeral 5 del plan de validación FOR-TC-013 **PLN-TC-59-01**

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 FOR-TC-013 **PLN-TC-059-01** Plan de Validación o Verificación del método gluten.

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 20%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 15%	%
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.

	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. 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
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 20%	mg/kg	CUMPLE
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 15%	mg/kg	CUMPLE
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 15%	mg/kg	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 Precisión


La precisión evaluada sobre las diferentes matrices se muestra en la siguiente tabla:

Muestra	Gluten mg/Kg	C.V % Repetibilidad	C.V % Reproducibilidad
Pan blandito clásico Bimbo_ L42806	86.55	4.13%	4.68%
Control A	13.14	7.13%	6.11%
Control B	47.38	10.93%	9.91%
Control C	95.21	7.22%	7.01%

Los resultados muestran que la meta de precisión se cumplió para todas y cada una de las matrices las cuales contienen gluten en el rango comprendido entre 13 % y 96%. Por lo anterior, el parámetro precisión se aprueba.

7.1.2 Exactitud

La exactitud se evaluó sobre dos materiales de referencia correspondientes a snacks, con un valor de referencia para el contenido de gluten de 55.15% y cereal, con un valor de referencia para el contenido de gluten de 12.47%. Los resultados se muestran en la tabla siguiente.

	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	Gluten mg/Kg	Analista	Vr. Ref	b%
Control A	12,96	WFRP	12,6000	2,9%
Control A	12,8566	WFRP	12,6000	2,0%
Control A	14,10798	WFRP	12,6000	12,0%
Control A	13,0104	LV	12,6000	3,3%
Control A	14,06732	LV	12,6000	11,6%
Control A	11,81464	LV	12,6000	6,2%
Control B	49,98594	WFRP	47,6000	5,0%
Control B	47,70128	WFRP	47,6000	0,2%
Control B	40,11548	WFRP	47,6000	15,7%
Control B	48,65876	LV	47,6000	2,2%
Control B	43,70934	LV	47,6000	8,2%
Control B	54,09154	LV	47,6000	13,6%
Control C	95,72434	WFRP	106,4000	10,0%
Control C	94,08994	WFRP	106,4000	11,6%
Control C	88,16448	WFRP	106,4000	17,1%
Control C	93,94484	WFRP	106,4000	11,7%
Control C	104,04744	LV	106,4000	2,2%
Control C	87,6208	LV	106,4000	17,6%
Control C	101,6324	LV	106,4000	4,5%

Los resultados muestran que en ninguno de los ejercicios realizados se superó la meta de exactitud establecida en el plan de validación. Por tanto, el parámetro exactitud se aprueba.

7.1.3 Robustez

El atributo robustez fue evaluado modificando el factor analista. Mediante un análisis ANOVA, se separaron las varianzas correspondientes a la repetibilidad del analista y la variabilidad por cambio de analista. Los analistas asignados para ejecutar los ensayos fueron Ferney Ruiz y John Franco. Los resultados se muestran en la tabla siguiente:

Muestra	Valor de F Calculado	Valor crítico de F
Pan blandito clásico Bimbo_ L42806	2,143321078	5,987377607
Control A	0,202639612	7,708647422
Control B	0,465235675	7,708647422
Control C	0,828186184	7,708647422

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

Como resultado del ejercicio se encontró que el valor de F calculado no superó el valor crítico de F en ninguna de las matrices ensayadas, lo que permite aceptar la hipótesis nula que no existen diferencias estadísticamente significativas entre los resultados obtenidos por una analista u otro. Con base en lo anterior, el parámetro 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
Puesto

Revisó:



Nombre y firma
Puesto

Aprobó:



Nombre y firma
Puesto

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-016 Registro verificaciones del ensayo de gluten.

12. ANEXOS.

No aplica.