

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

PLN-TC-060-01

Plan de verificación de ORAC en alimentos

AOXLAB S.A.S.

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

Contenido

1. OBJETIVO Y ALCANCE.....	4
1.1 Objetivo.....	4
1.2 Alcance.....	4
2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.	4
2.1.1 Definiciones.....	4
2.2 Notaciones.....	4
3. REFERENCIAS.....	4
4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A CONFIRMAR.....	4
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
7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.....	7
8. CONCLUSIONES DE LA CONFIRMACIÓN.....	7
9. INFORME.....	7
10. RESPONSABILIDADES.....	7
10.1 Director Técnico.....	7
10.2 Líder de Laboratorio.....	8
10.3 Analistas.....	8
11. FORMATOS RELACIONADOS.....	8
12. ANEXOS.....	9

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

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Establecer la lista de características de desempeño a evaluar, los respectivos criterios de aceptación y describir el diseño experimental para realizar la verificación del método analítico PROC – TC – 060 Procedimiento para la determinación de la actividad antioxidante por el método ORAC, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 2012.23 y SMPR 2011.011.

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

- Hierbas y especias
- Cacao y derivados
- Café y derivados
- Fruta

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 – 060 Procedimiento para la determinación de la actividad antioxidante por el método ORAC, ejecutado sobre las matrices relacionadas en el numeral 1.1

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

2.1.1 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.

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

[2] PROC – TC – 060 Procedimiento para la determinación de la actividad antioxidante por el método ORAC

4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A CONFIRMAR.

El método de la capacidad de absorbancia del radical de oxígeno (ORAC) mide la capacidad de antioxidantes para proteger una sustancia fluorescente del daño por radicales libres. En este ensayo, 2,2'-azobis (2-amidino-propano) dihidrocloruro

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

(AAPH) se utiliza como fuente del radical peroxilo, que se genera como resultado de la descomposición espontánea de AAPH a 37 ± 1 ° C. La Fluoresceína (FL) es la sustancia objetivo elegida, cuya pérdida de fluorescencia es una indicación del grado de daño por la reacción con el radical peroxilo. El efecto protector de los antioxidantes es medido evaluando el tiempo / intensidad de fluorescencia más largo de la muestra en comparación con el blanco, en el que no hay compuestos antioxidantes presentes. El Trolox se usa como el estándar de calibración. El ensayo ORAC proporciona una evaluación única ya que, a medida que la reacción se completa, ya que se miden tanto el tiempo de inhibición como el grado de inhibición.

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 (400 – 400.000 umol Trolox/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 ORAC cumple con los siguientes parámetros de desempeño:

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo	40 – 1000	umol TE / 100 g
Exactitud* (Veracidad)	E. R. % máximo 15%	%
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.

** Para cada matriz se preparará un adición de tal manera que la concentración final de la adición quede a un 200% de su concentración original. Esta adición se realizará partiendo de un estándar de Trolox preparado en el laboratorio, sobre cada matriz y se aplicará sobre ellas el método analítico completo.

6.2 DISEÑO EXPERIMENTAL

Los parámetros son determinados de acuerdo a las siguientes instrucciones:

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

Se analizarán seis lotes de ítems de ensayo cada uno en un día diferente. Los primeros 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
1433-17	Té verde con piel de uva_Lote: 22626	Hierbas y especias
3287	Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	Fruta
1417-18	Barra de cereal moringa- Chocolate. FF: 25/04/2018	Cacao y derivados
1626-18	Concentrate coffe mucilage_ °Brix: 63°_ pH: 5,18_ lote: 90.	Café y derivados
1934-18	PULPA DE ACAI LIQUIDA ALMACENADA A TEMPERATURA AMBIENTE_LOTE:001-1	Fruta

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
ESPECTROFLUORIMETRO	027	SI	Cumple
BALANZA ANALITICA	006	SI	Cumple
CENTRIFUGA	007	SI	Cumple
PIPETA EPPENDORF 100-1000 uL	017	SI	Cumple
PIPETA CAPP 20-200 uL	150	SI	Cumple
PIPETA EPPENDORF 10-100 uL	018	SI	Cumple
PIPETA CAPP 0,5 A 10 uL	010	SI	Cumple

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

MATERIAL	ID	CANTIDAD	ESTADO	CALIBRACIÓN
BEAKER	N.A	1	Bueno	
BALON VOLUMETRICO 100 mL	N.A	1	Bueno	
PLACAS ELISA DE 96 POZOS COSTAR 3590	N.A	1	Bueno	

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

REACTIVO	MARCA	LOTE	VIGENCIA
Acetona	HONEYWELL	DS896-CO	2020-09

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

Fluoresceína Sodica	SIGMA ALDRICH	MKBQ8169V	Ver certificado
Fosfato de Potasio dibasico anhidro K ₂ HPO ₄	HONEYWELL	H0970	2021-09
Fosfato de Potasio Monobásico KH ₂ PO ₄	CARLO ERBA	V2G727133M	2019-11
Trolox	ALDRICH	BCBM8158V	Ver certificado
AAPH	ALDRICH	MKBX9291V	Ver certificado

El procedimiento para llevar a cabo los cálculos se documenta en PROC – TC – 013 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.

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 al menos: a) los resultados obtenidos, b) el procedimiento utilizado para la confirmación y c) una declaración sobre la aptitud del laboratorio para operar el método normalizado.

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

10. RESPONSABILIDADES.

10.1 Director Técnico.

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

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.

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

12. ANEXOS.


ANEXO 1: FICHA RESUMEN DEL PLAN DE VALIDACION

IDENTIFICACIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO VALIDADO

Nombre completo del método: Determinación de % de humedad Método de referencia: AOAC 2012.23 y SMPR 2011.011. Procedimiento interno: PROC – TC - 060							
Tipo de método:	Cualitativo		Cuantitativo	X			
Origen del método	Normalizado	X	No Normalizado		Otro		
	Normalizado modificado		Interno				
<ul style="list-style-type: none"> • Analito: ORAC • Unidades: umol Trolox/100g Matrices: Hierbas y especias Cacao y derivados Café y derivados Fruta			Responsables por la validación				
			Responsable		Firma		
			Ferney Ruiz				
			John Franco				
			Fecha de entrega del informe de la validación: Julio 31 de 2018				

PARÁMETROS DE VALIDACIÓN

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

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


DOCUMENTO CONTROLADO

ICR-TC-060-01

Informe de verificación del análisis de ORAC

AOXLAB S.A.S.


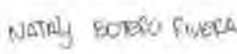
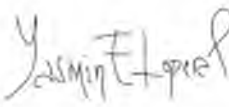
* PROC – TC – 060 Procedimiento de ensayo ORAC

	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-060-01 Informe de verificación del método ORAC


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 – 060 Procedimiento de ensayo ORAC


	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 ORAC en alimentos

ICR-TC-060-01
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.....	9
7.1.1 Intervalo de trabajo.....	9
7.1.2 Precisión- Reproducibilidad y repetibilidad.....	9
7.1.3 Exactitud Sesgo.....	9
7.1.4 Robustez.....	10
8. CONCLUSIONES DE LA VALIDACIÓN.....	10
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 – 60 procedimiento de ensayo ORAC aplicado el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 2012.23 y SMPR 2011.011, 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, PROC-TC-060 Procedimiento de ensayo Determinación de ORAC siguiendo fielmente el diseño experimental establecido en **PLN-TC-060-01** Plan de Validación o Verificación del método ORAC 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 a un procedimiento dado y/o

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

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

Sensibilidad [6].

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

Sesgo [6].

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

Validación [2].

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

Verificación [2].

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

Veracidad [3].

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

2.2 Notaciones.

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


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

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

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

3. REFERENCIAS.

- [1] ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories / Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [2] ISO 9000:2015 Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary/ Sistemas de gestión de la calidad-- Fundamentos y vocabulario.
- [3] VIM: 2008, International vocabulary of metrology -- Basic and general concepts and associated terms.
- [4] ISO/IEC 17000:2004 Conformity assessment -- Vocabulary and general principles.
- [5] ISO/TR 10013:2001 Guidelines for quality management system documentation.
- [6] NMX-CH-152-IMNC: 2005 Metrología en química-vocabulario
- [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

4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A VALIDAR.

PROC – TC – 060 procedimiento de ensayo Determinación de ORAC, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 2012.23 y SMPR 2011.011.

5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.

Las características deseables del método de ensayo PROC – TC – 051 procedimiento de ensayo Determinación de ORAC 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-060-01** Plan de Validación o Verificación del método ORAC.

6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.

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


PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo	35 – 900	umol TE / g
Límite de cuantificación	35	umol Trolox / g
Exactitud* (Veracidad)	E. R. % máximo 10%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 8.6%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 13%	%

* 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.

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES	CUMPLE SI/NO
Intervalo de trabajo	35.6 – 921	umol TE / g	CUMPLE
Exactitud* (Veracidad)	E. R. % máximo 15%	%	CUMPLE
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 15%	%	CUMPLE
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 15%	%	CUMPLE

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

Robustez ante el cambio de analista	Robusto	/	CUMPLE
-------------------------------------	---------	---	--------

7.1 RESULTADOS OBTENIDOS

7.1.1 Intervalo de trabajo

El rango lineal se evaluó en el intervalo de 35.6 – 921 umol TE/ g. para ello se evaluó la precisión obtenida en la ejecución del ensayo sobre las matrices seleccionadas para la validación. Como criterio de aceptación se estableció que estos resultados deben cumplir con el criterio de aceptación establecido en el correspondiente plan. Los resultados se muestran a continuación:

Muestra	Matriz	F calc	Vr. Critico F	Promedio umol TE/ g	C. V. % Repetibilidad	C. V. % Reproducibilidad
1417-18	Barra de cereal moringa-Chocolate. FF: 25/04/2018	8,87055	5,14325	35,1	4,3%	8,1%
1626-18	Concentrate coffe mucilage_ °Brix: 63°_ pH: 5,18_ lote: 90.	17,5282	5,14325	218,6	2,3%	5,8%
3287	Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	0,34742	5,14325	338,1	5,8%	5,2%
1433-17	Té verde con piel de uva_ Lote: 22626	9,10153	5,14325	439,8	5,6%	10,9%
1934-18	PULPA DE ACAI LIQUIDA ALMACENADA A TEMPERATURA AMBIENTE_ LOTE:001-1	4,59557	5,14325	828,8	2,1%	3,1%


Los resultados anteriores muestran que los coeficientes de variación para la repetibilidad y la reproducibilidad no superaron en ningún caso el criterio de aceptación establecido en todo el rango de trabajo. Por tanto, el parámetro intervalo de trabajo se aprueba

7.1.2 Precisión- Reproducibilidad y repetibilidad

Como se discutió en el ítem anterior, las matrices evaluadas no superaron el criterio de aceptación de la precisión establecido en el plan de validación. Por tanto, el método se comporta de acuerdo con los requisitos establecidos en el método de referencia y por ende se aprueba el parámetro precisión.

7.1.3 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 Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit), correspondientes a la matriz cereal. Estos materiales fueron analizados por el líder de laboratorio y los resultados se muestran en seguida:

	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	ORAC value umoles TE / g	% b
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	346,43	3,8%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	332,98	7,5%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	312,38	13,2%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	374,83	4,1%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	319,50	11,2%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	336,24	6,6%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	350,03	2,8%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	336,16	6,6%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	334,61	7,1%


Los resultados muestran que en dos ocasiones el resultado superó el criterio de aceptación establecido, lo cual no es deseable para el desempeño del método analítico. En los resultados se advierte que, excepto estos dos resultados, la meta de exactitud se cumple con margen suficiente. Es posible que los resultados anómalos deban a errores espurios, lo cual deberá investigarse en un nuevo ejercicio para reevaluar la exactitud del método. Por lo anterior, el parámetro exactitud no se aprueba.

7.1.4 Robustez

La robustez ante el cambio de día fue evaluada mediante el análisis ANOVA de los resultados obtenidos. En la tabla de resultados se encontró que para las matrices Barra de cereal moringa- Chocolate. FF: 25/04/2018, Concentrate coffe mucilage_ °Brix: 63°_ pH: 5,18_ lote: 90 y Té verde con piel de uva_ Lote: 22626, el valor de F calculado superó el valor crítico de F. Este hecho obliga a aceptar la hipótesis alterna que establece que, si existen diferencias significativas al ejecutar el ensayo en días diferentes, lo que indica que el método analítico no es robusto en la forma en la cual se ejecuta en AOXLAB S. A. S., para dichas matrices. Por lo anterior el parámetro 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 no es apto para el uso previsto, de acuerdo con los requerimientos establecidos por el laboratorio. Es necesario revisar el método analítico integralmente, partiendo desde el procedimiento y el entrenamiento de los analistas e investigar las causas del desempeño inadecuado del mismo respecto de los atributos exactitud y robustez.

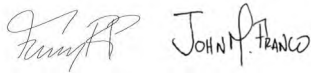
	Informe de validación o confirmación de métodos analíticos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/10

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:

 JOHN M. FRANCO

Nombre y firma
Analistas

Revisó:



Nombre y firma
Líder laboratorio

Aprobó:

 Yasmín López

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-014 Registro verificaciones para la determinación de ORAC.

12. ANEXOS.

No aplica