

	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-064-01

Plan de verificación de azúcares en alimentos



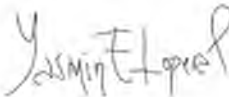
AOXLAB S.A.S.

	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-064-01 Plan de verificación de azúcares 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		2018/01/09
Aprobó:	Yasmín Eliana Lopera Pérez	Gerente y Director Técnico		2018/01/09
Localización del documento:	Z:\7. PROCESO\REGISTROS AOXLAB\REGISTROS (RT)2018\Planes de validación			

Control de Cambios

Estado	Fecha de inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Vigente	2018/08/01	0	Ninguno (versión original).	MEAC	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.....	5
4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A CONFIRMAR.....	5
5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A CONFIRMAR.	5
6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.....	5
6.1 CARACTERISITICAS DE DESEMPEÑO A EVALUAR	5
6.2 DISEÑO EXPERIMENTAL.....	6
SRM 3287 - Blueberry (Fruit).....	7
7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.....	9
8. CONCLUSIONES DE LA CONFIRMACIÓN.....	9
9. INFORME.....	9
10. RESPONSABILIDADES.....	10
10.1 Director Técnico.....	10
10.2 Líder de Laboratorio.....	10
10.3 Analistas.....	10
11. FORMATOS RELACIONADOS.....	10
12. ANEXOS.....	10

	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 – 064 procedimiento de ensayo azúcares, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 923.09, 925. 05 y 929.09.

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

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

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 – 064 procedimiento de ensayo azúcares, ejecutado sobre las matrices relacionadas en el numeral 1.1

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

2.1 Definiciones.

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

2.2 Notaciones.

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

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

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

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

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

3. REFERENCIAS.

- [1] PROC – TC – 012. Procedimiento para la validación o confirmación de métodos analíticos.
- [2] PROC – TC – 064. Procedimiento de ensayo de azúcares

4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A CONFIRMAR.

La determinación de azúcares en alimentos se realiza mediante una titulación en la cual una solución de sulfato de cobre es reducida a óxido de cobre en presencia de tartrato alcalino, utilizando como indicador azul de metileno.

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 (0.05g/100g – 100 g/100g)

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 azúcares cumple con los siguientes parámetros de desempeño:

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo	0.5 – 100	g/100g
Límite de cuantificación	0.5	g/100g
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 10%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 5%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 10%	%
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	

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

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

6.2 DISEÑO EXPERIMENTAL

Los parámetros son determinados de acuerdo a 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 (WFR) 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
0080-18	Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	Frutas
1436-17	Arándanos secos Lote: X 13:22D1	Frutas
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
1425-17	Jugo de Manzana MOTT'S Lote: 071217 AH 12:49	Frutas
1431-17	Leche condensada azucarada semidescremada Lote: 72240464	Leche y producto lácteos
1430-17	Leche en polvo entera Lote: 2127020002	Leche y producto lácteos
1461-17	Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada Lote: 25117	Frutas
	Sacarosa	azucares
0076-17	ZANAHORIA CARULLA LOTE 0201	Legumbres

La trazabilidad de las muestras utilizadas se encuentra en el software para manejo de muestras de 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

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

EQUIPO	ID	FUNCIONAMIENTO	CALIBRACIÓN
Balanza Analítica Radwag	006	SI	CUMPLE
Plancha de calentamiento múltiple	163	SI	CUMPLE
Baño María	001	SI	CUMPLE
Titulador Potenciométrico	152	SI	CUMPLE
Balón Volumétrico 50 mL	026	SI	CUMPLE
Balón Volumétrico 100 mL	027	SI	CUMPLE
Bureta 50 ml	028	SI	CUMPLE

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

MATERIAL	ID	CANTIDAD	ESTADO
SRM 3287 - Blueberry (Fruit)	SRM 3287	25 g	Material en buenas condiciones

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

REACTIVOS	LOTES	MARCA
Zinc acetato 2 hidrato	0000470465	PANREAC
Potasio ferrocianuro	V3L652293L	Carlo Erba Reagents
Cobre (ii) sulfato 5-hidrato	0000534538	PANREAC
Tartrato de sodio potasio tetrahidratado	SZBF2500V	SIGMA-ALDRICH
Hidróxido de sodio (lentejas)	SZBG2670H	Honeywell
D(+)-sacarosa	0000534150	PANREAC
Azul de Metileno	0000498066	Panreac
Etanol	171161	Sigma Aldrich
NaOH	ODS20180411	Protokimica
HCl	K44166117 306	Merck

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

Lotes secundarios de soluciones preparadas:

REACTIVO	LOTE
Solución NaOH 4 N	20180717-L1 20180719-L1
Solución NaOH 1 N	20180717-L1 20180719-L1
Solución1_AZU1 (Fehling A)	20180717-L1 20180720-L1 20180719-L1 20180721-L1
Solución1_AZU1 (Fehling A)	20180714-L1 20180717-L1 20180717-L1 20180719-L1
Solución1_AZU1 (Fehling A)	20180714-L1 20180717-L1
Solución1_AZU1 (Fehling A)	20180717-L1 20180720-L1 20180719-L1 20180721-L1 20180717-L1
Solución1_AZU1 (Fehling A)	20180719-L1 20180717-L1
Solución6_AZU6 (Carrez I)	20180717-L1 20180719-L1
Solución7_AZU7 (Carrez II)	20180719-L1 20180717-L1
Solución8_AZU8 (HCl 1:1)	20180717-L1 20180719-L1
Solución9_AZU9 (Etanol 40%)	20180719-L1 20180719-L2 20180721-L1 20180721-L2 20180717-L1 20180717-L2 20180718-L1 20180720-L1 20180720-L2

- Toda la trazabilidad de los reactivos empleados en el análisis se puede verificar desde los registros de datos primarios que relacionan exactamente

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

estos lotes utilizados en el análisis. El registro de lote contiene toda la información relacionada con: preparación del lote, reactivos empleados, marca, cantidad, lote, caducidad, etc.

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.

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.

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

10. RESPONSABILIDADES.

10.1 Director Técnico.

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

10.2 Líder de Laboratorio.

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

10.3 Analistas.



Aplicar el presente documento.


11. FORMATOS RELACIONADOS.

FOR-TC-047 Formato de informe de confirmación de método analítico.

12. ANEXOS.

PARAMETROS DE VALIDACION

Nombre completo del método: Determinación de azúcares Método de referencia: AOAC 923.09, 925. 05 y 929.09 Procedimiento interno: PROC – TC - 064					
Tipo de método:	Cualitativo		Cuantitativo	X	
Origen del método	Normalizado	X	No Normalizado		Otro
	Normalizado modificado		Interno		
<ul style="list-style-type: none"> • Analito: azúcares • Unidades: g/100g Matrices: <ul style="list-style-type: none"> • Frutas • Cereales y productos derivados • Cacao y derivados • Confitería • Leche y producto lácteos • azúcares 			Responsables por la validación		
			Responsable	Firma	
			Ferney Ruiz		
			John Franco		
			Fecha de entrega del informe de la validación: Julio 31 de 2018		
Selectividad			Linealidad / intervalo de trabajo	X	
Sensibilidad			Límite de detección	X	
Límite de cuantificación	X		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-064-01

Informe de verificación del ensayo de Azúcares

AOXLAB S.A.S.



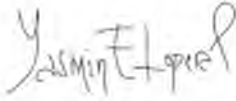
*** PROC – TC – 064 procedimiento de ensayo azúcares**

	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-064-01 Informe de verificación del método azúcares


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 – 064 procedimiento de ensayo azúcares


	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 azúcares

ICR-TC-064-01
2018/07/24


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 Límite de detección y cuantificación.....	9
7.1.2 Precisión.....	10
7.1.3 Exactitud.....	23
7.1.4 Robustez.....	24
7.1.5 Rango de trabajo.....	25
8. CONCLUSIONES DE LA VALIDACIÓN.....	26
9. INFORME.....	26
9.1 Firmas del personal de validación.....	26
10. RESPONSABILIDADES.....	26
10.1 Líder de Calidad.....	26
10.2 Líder de Laboratorio.....	26
10.3 Analistas.....	26
11. FORMATOS RELACIONADOS.....	26
12. ANEXOS.....	26

	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 – 064 procedimiento de ensayo azúcares, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 923.09, 925. 05 y 929.09., de acuerdo con el diseño experimental y criterios de aceptación establecidos en el Plan de Verificación del método azúcares mismo y en el **PLN-TC-064-01** 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 – 064 procedimiento de ensayo azúcares siguiendo fielmente el diseño experimental establecido en **PLN-TC-064-01** Plan de Validación o Verificación del método azúcares 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.

El ensayo por validar se describe en el documento PROC – TC – 064 procedimiento de ensayo azúcares, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 923.09, 925. 05 y 929.09.

5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.

Las características deseables del método de ensayo para azúcares fueron consignadas en el numeral 5 del plan de validación **PLN-TC-64-01**.

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 **PLN-TC-064-01** Plan de Validación o Verificación del método azúcares.


PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo	1.0 – 100	g/100g
Límite de cuantificación	1.0	g/100g
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 10%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 5%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 10%	%
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	

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

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

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

PARAMETRO	CRITERIO	RESULTADO	CUMPLE SI/NO
-----------	----------	-----------	--------------

	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 trabajo	1.0 – 100 g/100g	1.0 – 100 g/100g	CUMPLE
Límite de cuantificación	1.0 g/100 g	0.35 g/100g	CUMPLE
Exactitud* (Veracidad)	E. R.% máximo 10%	8.1%	CUMPLE
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 5%	1.57%	CUMPLE
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 10%	1.50%	CUMPLE
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	Robusto	CUMPLE

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 Límite de detección y cuantificación.

Los límites de detección y cuantificación se fijaron teniendo como criterio la mínima diferencia de volumen de muestra adicionado al realizar la titulación con respecto a una muestra que no contenga azúcares totales. Esto es 49.9 ml. Este valor al traducirlo en porcentaje de azúcares presentes en una muestra equivale a 1%. para corroborar este valor, se realizó un ensayo por triplicado sobre queso crema, el cual tiene una concentración de azúcares cercana a dicho valor.

Los resultados se muestran a continuación:

MUESTRA	ID MUESTRA	AZUCARES TOTALES g/100g	ANALISTA
Queso crema_Lote: 2937023501	1418-17	1,05	JMFR
Queso crema_Lote: 2937023501	1418-17	1,11	JMFR
Queso crema_Lote: 2937023501	1418-17	1,10	JMFR
	Promedio	1,09	
	D. S.	0,04	
	C. V.%	3,23	
	LOD	0,11	
	LOQ	0,35	

Basado en los cálculos para la determinación del LOD y LOQ establecidos en el procedimiento PROC – TC – 012, se establecen los valores para estos parámetros, de acuerdo con lo consignado en la tabla anterior.

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


7.1.2 Precisión

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

Muestra	Azucares totales g/100g	C.V % Repetibilidad	C.V % Reproducibilidad
ZANAHORIA CARULLA LOTE 0201	5,61	0,4410%	0,3825%
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada Lote: 25117	9,95	0,3891%	0,3883%
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	10,55	0,9570%	0,7908%
CER-05 Lote: 0	11,56	0,5561%	0,5987%
Granola Lote: 7186082709 15:12	22,34	1,5652%	1,5074%
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	27,58	0,6099%	0,7086%
Leche en polvo entera Lote: 2127020002	42,87	0,3799%	0,3495%
Leche condensada azucarada semidescremada Lote: 72240464	53,73	0,5192%	0,4712%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,12	0,6976%	0,5971%
Arandanos secos_Lote: X 13:22D1	73,56	0,4724%	0,4591%
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	81,6	0,2375%	0,2822%
Sacarosa Lote:0000534150	100,16	0,7143%	1,0211%

Los resultados muestran que la meta de precisión se cumplió ampliamente para todas y cada una de las matrices las cuales contienen azucares totales en el rango comprendido entre 5.61 % y 100%. Por lo anterior, el parámetro precisión se aprueba.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos en el análisis ANOVA:

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

Azúcares totales g/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Arandanos secos_Lote: X 13:22D1	73,6110	73,5889
Arandanos secos_Lote: X 13:22D1	74,1222	73,0995
Arandanos secos_Lote: X 13:22D1	73,3361	73,6036

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	221,0692586	73,689753	0,159152
WFRP	3	220,2921075	73,430702	0,082318

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,10066063	1	0,1006606	0,833731	0,412853	7,7086474
Dentro de los grupos	0,48294056	4	0,1207351			
Total	0,58360119	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,4724%
C.V % Reproducibilidad	0,4591%

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

Azúcares totales g/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
CER-05_Lote: 0	11,5956781	11,46823707
CER-05_Lote: 0	11,6608224	11,5966057
CER-05_Lote: 0	11,5319495	11,53218012

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	34,78845004	11,59615	0,004152
WFRP	3	34,59702289	11,532341	0,00412

ANÁLISIS DE VARIANZA


Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,00610739	1	0,0061074	1,476666	0,291117	7,7086474
Dentro de los grupos	0,01654374	4	0,0041359			
Total	0,02265113	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad 0,5561%

C.V % Reproducibilidad 0,5987%

Azúcares totales g/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	82,0062349	81,46154832

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

Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	81,6920348	81,49411991
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	81,4615483	81,49411991

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	3	245,159818	81,719939	0,074755
WFRP	3	244,4497881	81,483263	0,000354


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,08402375	1	0,0840237	2,237396	0,209037	7,7086474
Dentro de los grupos	0,15021702	4	0,0375543			
Total	0,23424077	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,2375%
C.V % Reproducibilidad	0,2822%

Azucres totales g/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	27,890675	27,60224264

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

Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	27,741527	27,44796588
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	27,456199	27,44796588

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	3	83,08840104	27,696134	0,048738
WFRP	3	82,49817439	27,499391	0,007934


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,05806125	1	0,0580612	2,049045	0,225556	7,7086474
Dentro de los grupos	0,11334306	4	0,0283358			
Total	0,17140431	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,6099%
C.V % Reproducibilidad	0,7086%

Azucres totales g/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Granola_Lote: 7186082709 15:12	22,0784828	22,17837826

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

Granola_Lote: 7186082709 15:12	21,8921665	22,75405627
Granola_Lote: 7186082709 15:12	22,6626223	22,45854905

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	3	66,63327169	22,211091	0,161589
WFRP	3	67,39098358	22,463661	0,082871


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,09568788	1	0,0956879	0,782851	0,426252	7,7086474
Dentro de los grupos	0,48892007	4	0,12223			
Total	0,58460796	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,5652%
C.V % Reproducibilidad	1,5074%

Azúcares totales g/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	10,6253781	10,47037883

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

Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	10,6253781	10,52027384
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	10,4193038	10,62495318

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	3	31,67006005	10,556687	0,014156
WFRP	3	31,61560585	10,538535	0,006223


ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00049421	1	0,0004942	0,048502	0,836474	7,7086474
Dentro de los grupos	0,04075792	4	0,0101895			
Total	0,04125213	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,9570%
C.V % Reproducibilidad	0,7908%

Azucares totales g/100g	Analista	
Muestra	JMFR	WFRP

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

Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	53,9005177	53,5577185
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	53,7608791	53,99770276
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	53,2823575	53,85744898

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN


<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	3	160,9437543	53,647918	0,105101
WFRP	3	161,4128702	53,80429	0,050516

ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,0366783	1	0,0366783	0,471393	0,530079	7,7086474
Dentro de los grupos	0,31123319	4	0,0778083			
Total	0,34791149	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,5192%
C.V % Reproducibilidad	0,4712%

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

Azúcares totales g/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	42,8539934	42,69470203
Leche en polvo entera_Lote: 2127020003	43,0318108	43,06192703
Leche en polvo entera_Lote: 2127020004	42,8711264	42,70750788

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	128,7569306	42,918977	0,009622
WFRP	3	128,4641369	42,821379	0,043439

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,01428802	1	0,014288	0,538556	0,503727	7,7086474
Dentro de los grupos	0,10612105	4	0,0265303			
Total	0,12040907	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,3799%
C.V % Reproducibilidad	0,3495%

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

Azúcares totales g/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	9,97997083	9,979771254
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	9,97997083	9,885318873
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	9,93202115	9,932617049

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	29,89196282	9,9639876	0,000766
WFRP	3	29,79770718	9,9325691	0,00223

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,00148069	1	0,0014807	0,98821	0,376447	7,7086474
Dentro de los grupos	0,00599341	4	0,0014984			
Total	0,0074741	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,3891%
C.V % Reproducibilidad	0,3883%

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

Azúcares totales g/100g	Analista	
	Muestra	JMFR
Sacarosa Lote:0000534150	99,7877348	99,76778519
Sacarosa Lote:0000534151	100,756548	99,23091263
Sacarosa Lote:0000534152	101,724016	99,70798432

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	302,2682988	100,7561	0,937297
WFRP	3	298,7066821	99,568894	0,086568

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	2,11418548	1	2,1141855	4,129816	0,111933	7,7086474
Dentro de los grupos	2,04772859	4	0,5119321			
Total	4,16191407	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,7143%
C.V % Reproducibilidad	1,0211%

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

Azúcares totales g/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	5,61058639	5,610530284
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	5,58042194	5,580310343
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	5,6410223	5,610474182

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	3	16,83203063	5,6106769	0,000918
WFRP	3	16,80131481	5,6004383	0,000304

ANÁLISIS DE VARIANZA


Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,00015724	1	0,0001572	0,257363	0,638629	7,7086474
Dentro de los grupos	0,00244392	4	0,000611			
Total	0,00260116	5				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,4410%
C.V % Reproducibilidad	0,3825%

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

Azúcares totales g/100g	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,4361705	55,5972014
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,1496787	55,309133
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	54,7199828	55,45279308
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	54,8606511	55,5972014
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	54,6127722	54,74733184
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	54,7528049	54,74733184
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,309133	54,61277218
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,5972014	54,61277218
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,7200869	54,88807048
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,5749825	54,74733184
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,1441687	55,43617054
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,0020446	55,29255352

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

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	12	661,8796773	55,15664	0,140839
WFRP	12	661,0406633	55,086722	0,154855

ANÁLISIS DE VARIANZA


<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,02933102	1	0,029331	0,198388	0,660378	4,3009495
Dentro de los grupos	3,25263669	22	0,1478471			
Total	3,28196772	23				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,6976%
C.V % Reproducibilidad	0,5971%

7.1.3 Exactitud

La exactitud se evaluó sobre dos materiales de referencia correspondientes a fruta elaborada, con un valor de referencia para el contenido de azúcares de 55.15% y cereal, con un valor de referencia para el contenido de azúcares 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	Resultado (g/100g)	Analista	b%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,44	JMFR	6,9%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,15	JMFR	7,4%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	54,72	JMFR	8,1%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,60	WFRP	6,6%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,31	WFRP	7,1%
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	55,45	WFRP	6,9%


Muestra	Resultado (g/100g)	Analista	b%
CER-05_Lote: 0	11,60	JMFR	7,0%
CER-05_Lote: 0	11,66	JMFR	6,5%
CER-05_Lote: 0	11,53	JMFR	7,5%
CER-05_Lote: 0	11,47	WFRP	8,0%
CER-05_Lote: 0	11,60	WFRP	7,0%
CER-05_Lote: 0	11,53	WFRP	7,5%

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.

7.1.4 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	F calculado	Valor crítico de F
ZANAHORIA CARULLA LOTE 0201	0,25736339 7	7,708647422
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,98821036 5	7,708647422
Jugo de Manzana MOTT'S Lote: 071217 AH 12:49	0,04850198 7	7,708647422
CER-05_Lote: 0	1,47666566 1	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

Granola Lote: 7186082709 15:12	0,78285093 9	7,708647422
Galletas Dulces saborizadas Lote: L2017 14 M3 17 093 05	2,04904463 9	7,708647422
Leche en polvo entera Lote: 2127020002	0,53855554 3	7,708647422
Leche condensada azucarada semidescremada Lote: 72240464	0,47139317 7	7,708647422
Standard reference material 3287 Blueberry (Fruit)	0,19838751 7	4,300949502
Arandanos secos Lote: X 13:22D1	0,83373100 7	7,708647422
Choco express con azúcar Lote: 9900058935	2,23739612 8	7,708647422
Sacarosa Lote:0000534150	4,12981582 5	7,708647422

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.

7.1.5 Rango de trabajo

El rango de trabajo fue evaluado utilizando una amplia variedad de matrices que contiene niveles diferentes de azúcares totales en el rango comprendido entre 5% y 100 %. Como criterio para evaluar la aplicabilidad del método de ensayo en dicho rango, se tomó el resultado de la evaluación de la precisión sobre cada matriz, además de la evaluación de la exactitud sobre los materiales de referencia utilizados en el ejercicio de exactitud, los cuales abarcan los niveles medio y bajo del rango. Los resultados obtenidos se muestran en los ítems precisión y exactitud. En ellos se encontró que ambos atributos cumplieron los criterios establecidos para el método en el plan de validación.

Además de lo anterior, pudo estimarse y comprobarse que el límite de cuantificación del método analítico es de 0.35%. La discusión pertinente a este tema se encuentra en el correspondiente ítem. Por lo descrito en los párrafos anteriores, se aprueba como rango de trabajo para el método, el intervalo entre 1.0% y 100% de azúcares totales.

	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. 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:



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-009 Registro verificaciones del ensayo de azúcares 2018-01.

12. ANEXOS.

No aplica.