
	Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

DOCUMENTO CONTROLADO

Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos



AOXLAB S.A.S.

	Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

DOCUMENTO CONTROLADO


ICR-TC-050-01 Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos

Copia controlada No. : 1

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

Control de Cambios

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Vigente	2018/01/09	1	Ninguno (versión original).	NBR	YELP	YELP


	Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

Informe de verificación del análisis de humedad en alimentos

ICR-TC-050-01
2018/01/31


FOR-TC-047

AOXLAB S.A.S

	Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

ÍNDICE

Sección	Página
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
8. CONCLUSIONES DE LA VALIDACIÓN.	12
9. INFORME.	12
9.1 Firmas personal de validación	12
10. RESPONSABILIDADES.	13
10.1 Líder de Calidad.	13
10.2 Líder de Laboratorio.	13
10.3 Analistas.	13
11. FORMATOS RELACIONADOS.	13
12. ANEXOS.	13

	Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Evaluar los resultados obtenidos del ejercicio de validación / verificación del método analítico PROC – TC – 050 procedimiento de ensayo humedad, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 935.29, 935.30 y 945.15, 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-050 Procedimiento de ensayo Humedad siguiendo fielmente el diseño experimental establecido en **PLN-TC-050-01** Plan de Validación o Verificación del método humedad 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 verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

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 verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

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 verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

[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

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

4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A VALIDAR.

PROC – TC – 050 procedimiento de ensayo humedad, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 935.29, 935.30 y 945.15.

5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.

Las características deseables del método de ensayo PROC – TC – 050 procedimiento de ensayo humedad fueron consignadas en el numeral 5 del plan de validación PROC-TC-012 **PLN-TC-050-01** Plan de Validación o Verificación del análisis de humedad.

El método en validación debe cumplir con los siguientes requisitos, a fin de que sea considerado como apto o válido para el uso previsto:


El método debe ser aplicable a muestras de alimentos sólidas, semisólidas y líquidas. Debe mostrar un adecuado desempeño en todo el rango de operación (0 – 100%)

6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.

Los requisitos correspondientes a los parámetros de desempeño evaluados, así como el correspondiente diseño experimental para obtener los resultados que permitieron llevar a cabo la evaluación del método analítico, fueron consignados en el numeral 6 del plan de validación PROC-TC-012 **PLN-TC-050-01** Plan de Validación o Verificación del análisis de humedad.

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Exactitud* (Veracidad)	E. R. % máximo 5%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 6%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 8%	%
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 verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

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 5%	%	SI
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 6%	%	SI
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 8%	%	SI
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

Rango de evaluación

Se evaluaron matrices que pertenecieran a los principales grupos alimentarios y que tuvieran contenidos bajos, intermedio y altos de humedad para evaluar el rango de 0 -100%.

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

Muestra	% Humedad promedio	n	Desviación S0	Desviación S0'	LOD	LOQ
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	1,04	12	0,0527	0,0152	0,0	0,2
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	2,46	12	0,1683	0,0486	0,1	0,5
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	4,35	12	0,1478	0,0427	0,1	0,4
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	4,50	12	0,0851	0,0246	0,1	0,2
Proteína Vegetal Nutrilite _Lote_61206V7A 16.28	5,17	12	0,1372	0,0396	0,1	0,4

	Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

Granola_Lote: 7186082709 15:12	5,17	12	0,0855	0,0247	0,1	0,2
Carbón Activado_ Lote_ODS2016053	11,41	12	0,2421	0,0699	0,2	0,7
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	12,44	12	0,1603	0,0463	0,1	0,5
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	13,99	12	0,2335	0,0674	0,2	0,7
Arandanos secos_Lote: X 13:22D1	20,08	12	0,2642	0,0763	0,2	0,8
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	26,59	12	0,1897	0,0548	0,2	0,5
Queso crema_Lote: 2937023501	65,34	12	0,2726	0,0787	0,2	0,8
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	76,41	13	0,1742	0,0483	0,1	0,5
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	85,15	12	0,4522	0,1305	0,4	1,3
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	89,34	13	0,0766	0,0213	0,1	0,2
ZANAHORIA CARULLA_LOTE_0201	89,47	12	0,4939	0,1426	0,4	1,4
Agua Cristal Lote L7R0002658191	100,00	13	0,0063	0,0018	0,0	0,0
Agua HPLC _ Lote 1	100,00	16	0,0079	0,0020	0,0	0,0


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 humedad, siendo el LOD 0,0 y LQD 0,0 para matrices con 100% de Humedad y el LOD 0,0 y LQD 0,2 para matrices con 0-1% humedad.

Precisión- Reproducibilidad y repetibilidad

Los resultados obtenidos por cada matriz evaluada están consignados en el Registro de validaciones SOFT-TC-008 Registro verificaciones humedad 2018-01.

En él se detallan para cada matriz evaluada:

RESUMEN					
	<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
	Columna 1				
	Columna 2				

	Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

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						
Dentro de los grupos						
Total						


Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad

C.V % Reproducibilidad

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

Muestra	C.V % Repetibilidad	C.V % Reproducibilidad
Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0067%	0,0058%
Agua HPLC _ Lote 1	0,0099%	0,0166%
Arandanos secos_ Lote: X 13:22D1	1,3438%	1,2368%
Carbón Activado_ Lote_ ODS2016053	1,7373%	2,9087%
Choco express con azúcar_ Lote: 9900058935	5,0723%	5,1127%
Galletas Dulces saborizadas_ Lote: L2017 14 M3 17 093 05	1,9297%	1,7903%
Granola_ Lote: 7186082709 15:12	1,7304%	1,4240%
Jugo de Manzana MOTT'S_ Lote: 071217 AH 12:49	0,0917%	0,0762%
Leche condensada azucarada semidescremada_ Lote: 72240464	0,7134%	0,7136%
Leche en polvo entera_ Lote: 2127020002	6,4122%	7,6249%
Maíz Amarillo Retrillado_ Lote: 2903517	1,2455%	1,3959%
Margarina Vegetal con Canola_ Lote: 14 B43	1,3330%	2,3383%
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	0,2097%	0,2709%
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	2,7763%	2,2940%
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_ Lote: 25117	0,5560%	0,4579%
Purina_ DOGCHOW_ Cachorros Lote 73010476 4C	3,5357%	3,0027%
Queso crema_ Lote: 2937023501	0,3842%	0,4945%
ZANAHORIA CARULLA_ LOTE_ 0201	0,4842%	0,7014%

	Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos AOXLAB S.A.S.	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

Exactitud

Para evaluar el parámetro de exactitud realizamos el ensayo de humedad usando como material de referencia un cereal para desayuno CER-05, con los resultados obtenidos calculamos el sesgo. Los resultados obtenidos se presentan a continuación:

Promedio	3,5050
D. S.	0,1614
Vr. Ref	3,62
D. S. PT	0,2
n	7
t calc	1,2604
g. l.	11
t tabla	2,2010
CONCLUSION	NO EXISTE SESGO

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

	<p align="center">Informe de verificación del ensayo de Humedad en alimentos</p> <p align="center">AOXLAB S.A.S.</p>	Identificación: FOR-TC-047
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2018/01/09

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-008 Registro verificaciones humedad 2018-01.

12. ANEXOS.

No Aplica.