



# FACULTAD DE INGENIERÍA

---

CARRERA DE INGENIERÍA INDUSTRIAL

“VALIDACIÓN Y VERIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO, EN LA EMPRESA MOLITALIA S.A.”

Tesis para optar el título profesional de:

**Ingeniera Industrial**

**Autora:**

Celina De Jesús Bazán López

**Asesor:**

Mg. Pedro Loja Herrera

**Lima – Perú**

**2016**

## **APROBACIÓN DEL TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL**

El (La) asesor(a) y los miembros del jurado evaluador asignados, **APRUEBAN** el trabajo de suficiencia profesional desarrollado por el (la) Bachiller **Nombres y Apellidos**, denominada:

### **“VALIDACIÓN Y VERIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO, EN LA EMPRESA MOLITALIA S.A.”**

---

Mg. Pedro Loja Herrera

**ASESOR**

---

Mg. Aldo Rivadeneyra Cuya

**JURADO**

**PRESIDENTE**

---

Mg. Alexander Quiroz Borda

**JURADO**

---

Mg. Jhonatan Abal Mejía

**JURADO**

## DEDICATORIA

A Dios por ser lo que soy, por darme la voluntad para terminar mis estudios con éxito, la fuerza para levantarme en cada caída, la paz en los momentos difíciles, y la sabiduría para tomar las mejores decisiones. A mis padres, por su gran amor, paciencia, apoyo incondicional, por creer en mí, sobre todo por sus oraciones que me dieron paz cuando más lo necesitaba.

## **AGRADECIMIENTO**

En primer lugar agradecer a Dios por guiarme y darme las fuerzas para seguir cumpliendo mis metas.

Agradecer también a mi asesor Pedro Loja por su apoyo incondicional durante el desarrollo de la tesis, así mismo por sus consejos y conocimiento.

A toda mi familia, que de una u otra forma estuvieron pendientes durante mi desarrollo profesional, motivándome a seguir adelante y creyendo en mí.

## ÍNDICE DE CONTENIDOS

<b>APROBACIÓN DEL TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL</b> .....	<b>ii</b>
<b>DEDICATORIA</b> .....	<b>iii</b>
<b>AGRADECIMIENTO</b> .....	<b>iv</b>
<b>ÍNDICE DE CONTENIDOS</b> .....	<b>v</b>
<b>ÍNDICE DE TABLAS</b> .....	<b>viii</b>
<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b> .....	<b>ix</b>
<b>RESUMEN</b> .....	<b>x</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xi</b>
<b>CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN</b> .....	<b>12</b>
1.1. Antecedentes .....	13
1.2. Justificación .....	13
1.2.1. Objetivos .....	14
1.2.1.1. Objetivo general .....	14
1.2.1.2. Objetivo específico .....	14
<b>CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO</b> .....	<b>15</b>
2.1. Métodos de ensayos .....	15
2.2. Ensayos .....	15
2.3. Análisis químico .....	15
2.4. Análisis físico-químico .....	15
2.5. Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo .....	15
2.6. Validación de métodos de ensayos .....	16
2.7. ¿Cuándo es necesario validar un método de ensayo? .....	16
2.8. Verificación de métodos de ensayos .....	16
2.9. ¿Cuándo es necesario verificar un método de ensayo? .....	17
2.10. ¿Validación o Verificación? .....	17
2.11. Fundamentos de estadística básica .....	18
2.11.1. Media .....	18
2.11.2. Desviación estándar ( $\sigma$ , S) .....	18
2.11.3. Coeficiente de varianza .....	18
2.11.4. Distribución Normal .....	19

2.11.5. Prueba de significancia.....	20
2.11.6. Prueba t-Student.....	21
2.11.7. Coeficiente de varianza de Horwitz (CVh) o (RSD Horwitz).....	25
2.12. Planeamiento de validación .....	27
2.12.1. Definir objetivo.....	27
2.12.2. Definir parámetros de validación .....	28
2.12.2.1. Detección valor atípico.....	28
2.12.2.2. Veracidad.....	29
2.12.2.3. Precisión .....	32
2.12.2.4. Repetibilidad .....	33
2.12.3. Definir procedimiento operacional de validación y/o verificación.....	34
2.12.4. Definir los métodos de ensayos a validación y/o verificación .....	34
2.12.5. Verificar compatibilidad de equipos.....	36
2.12.6. Caracterización de materiales y reactivos.....	37
2.12.7. Ejecutar ensayos preliminares .....	37
2.12.8. Desarrollo de pruebas de parámetros de validación .....	39
2.12.9. Preparación de metodología validada y/o verificada .....	40
2.13. Definición de terminos basico .....	41
2.13.1. Matriz .....	41
2.13.2. Método .....	41
2.13.3. Metodología.....	41
2.13.4. Procedimientos.....	41
2.13.5. Calidad.....	41
2.13.6. Fidedigno .....	42
2.13.7. Cuantitativo .....	42
2.13.8. Cualitativo.....	42
2.13.9. Prueba experimental .....	42
2.13.10. Estándares de calidad.....	42
2.13.11. Norma técnica .....	43
2.13.12. Ficha técnica .....	43
2.13.13. Acreditación.....	43
2.13.14. Laboratorio acreditado .....	44
2.13.15. Analito .....	44

2.13.16. Parámetros.....	45
2.13.17. Variable .....	45
<b>CAPÍTULO 3. DESARROLLO .....</b>	<b>46</b>
3.1. La empresa .....	46
3.2. Organización.....	46
3.3. Instalación y medios operativos .....	47
3.3.1. Distribución de planta donde se llevó a cabo la mejora .....	47
3.3.2. Tipo de producción .....	48
3.3.3. Maquinarias y equipo.....	48
3.3.4. Materia prima e material de empaques.....	48
3.4. El productos .....	48
3.5. Aseguramiento de la Calidad .....	49
3.6. Laboratorio físico químico .....	50
3.6.1. Descripción del laboratorio físico químico.....	50
3.6.2. Descripción e identificación de la problemática .....	52
3.7. Actividades realizadas.....	53
3.7.1. Criterio N°1: Definir el objetivo.....	53
3.7.2. Criterio N°2: Definir procedimientos operacionales .....	53
3.7.3. Criterio N°3: Definir las metodologías a validar y/o verificar .....	53
3.7.4. Criterio N°4: Definir parámetros a emplear .....	56
3.7.5. Criterio N°5 y 6: Verificar compatibilidad de equipos y caracterización de materiales .....	57
3.7.6. Criterio N°7: Ejecución de ensayo preliminar.....	59
3.7.7. Criterio N°7: Envío de muestras al laboratorio externo .....	61
3.7.8. Criterio N°8: Determinación de parámetros .....	62
3.7.9. Criterio N°9: Informe de la validación.....	69
3.7.10. Criterio N°10: Preparación de la metodología validada.....	70
<b>CAPÍTULO 4. RESULTADOS.....</b>	<b>71</b>
<b>CAPÍTULO 5. DISCUSIÓN .....</b>	<b>76</b>
<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>78</b>
<b>RECOMENDACIONES .....</b>	<b>79</b>
<b>REFERENCIAS.....</b>	<b>80</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>81</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla n.º 2-1. Concentración del analito expresado en potencia .....	26
Tabla n.º 3-1. Criterios de aceptación .....	56
Tabla n.º 3-2. Informe de ensayo de laboratorio externo acreditado CERPER .....	62
Tabla n.º 4-1. Cuadro de optimización de tiempo de metodología normalizada a metodología modificada.....	71



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura n.º 2-1. Diferencias entre error aleatorio y error sistemático .....	20
Figura n.º 2-2. Planeamiento de validación.....	27
Figura n.º 2-3. Parámetros de validación .....	28
Figura n.º 2-4. Diagrama cuando validar o verificar un método de ensayo.....	35
Figura n.º 3-1. Organigrama.....	47
Figura n.º 3-2. Organigrama de Aseguramiento de la Calidad.....	49
Figura n.º 3-3. Laboratorio físico- químico Molitalia S.A.....	51
Figura n.º 3-4. Listado de métodos normalizados y no normalizado de la empresa Molitalia S.A ..	54
Figura n.º 3-5. Indicador de solicitud de análisis .....	55
Figura n.º 3-6. Informe de validación.....	69
Figura n.º 3-7. Metodología validada.....	70
Figura n.º 4-1. Evaluación de tiempo en el método de determinación de humedad en estufa .....	72
Figura n.º 4-2. Optimización de tiempo en el método de determinación de humedad en termobalanza.....	72
Figura n.º 4-3. Evaluación de tiempo en el método de determinación de extracción de grasa en Soxtec .....	72
Figura n.º 4-4. Optimización de tiempo en el método de determinación extracción de grasa según BLIGH DYER.....	73
Figura n.º 4-5. Comparación del año 2014 y 2015 de cantidades de ensayos realizado en el laboratorio central Molitalia S.A.....	74
Figura n.º 4-6. Comparación del año 2014 y 2015 de costos de reactivos invertido en el laboratorio central Molitalia S.A.....	75
Figura n.º 4-7. Comparación del año 2014 y 2015 del costo de mantenimiento correctivo de equipos.....	75

## RESUMEN

El presente trabajo titulado: **Validación y verificación de métodos de ensayos** surgió por la necesidad de validar las metodologías aplicadas en los análisis físicos químicos, con el objetivo de asegurarse de que los resultados obtenidos responden a los fines previstos. En la elaboración de cualquier tipo de producto se debe utilizar una serie de procedimientos o métodos que garanticen su calidad y que aseguren que poseen la formulación adecuada. Los métodos más utilizados en cualquier tipo de industria son de tipo analítico (que son utilizados para dar a conocer resultados cualitativos, es decir, cualidades) y métodos cuantitativos (que dan a conocer cantidades), así como los métodos químicos (que dan a conocer fórmulas) y físico/químicos (que dan a conocer propiedades). La empresa Molitalia SAC, cuenta con un Laboratorio de Control de Calidad, donde se llevan a cabo los ensayos químico-analíticos necesarios para garantizar la calidad de los diversos productos y materia prima que ahí se analizan. Para esto se utilizan diversos métodos cualitativos y cuantitativos que arrojan datos considerados como fidedignos, los cuales se presentan en un manual de procedimientos analíticos, pero que no tienen la documentación que compruebe la validez de la precisión, veracidad y repetibilidad de los métodos que se están utilizando.

Para ello se implementó la validación y verificación de métodos teniendo por objeto asegurarse de que los resultados obtenidos responden a los fines previstos.

Los métodos utilizados en el laboratorio han sido evaluados y sometidos a prueba para asegurarse de que producen unos resultados válidos y coherentes con el objetivo previsto, es decir, han de sido validados. Todos los métodos nuevos que se introduzcan al laboratorio deben estar validados y todos los analistas que los vayan a utilizar han de recibir una formación adecuada y demostrar su competencia en su utilización antes de empezar a actuar en casos concretos, para ellos se evaluará la metodología de la repetibilidad. Así mismo se ejecutará la validación en caso se introducen cambios importantes en la metodología, o se aplica en una situación nueva (por ejemplo, una muestra de matriz nueva). La validación o la verificación de un método se realizan mediante una serie de pruebas normalizadas y experimentales de las que se obtienen datos sobre su exactitud, precisión, etc. El proceso que ha de seguirse para ello debe constar por escrito como procedimiento normalizado de trabajo. Una vez validados o verificados los métodos, su utilización habitual.

## ABSTRACT

This work entitled: Validation and verification of test methods arose from the need to validate the methodologies used in physical and chemical analysis, in order to ensure that the results meet the intended purpose. In developing any type of product should be used a number of procedures or methods to ensure quality and to ensure that they possess adequate formulation. The most used in any industry methods are analytical type (which are used to present qualitative results, ie qualities) and quantitative methods (which disclosed amounts) and chemical methods (which disclosed formulas) and physical / chemical (which disclosed properties). Molitalia SAC Company has a Quality Control Laboratory, which carried out the chemical-analytical tests necessary to ensure the quality of various products and raw materials are analyzed there. For this various qualitative and quantitative methods that yield data considered reliable, which are presented in a manual analytical procedures are used, but they do not have the documentation to prove the validity of the accuracy, reliability and repeatability of the methods being using.

For this validation and verification methods are implemented having intended to ensure that the results meet the intended purpose.

The methods used in the laboratory have been evaluated and tested to ensure that they produce a valid and consistent results with the intended target, ie have been validated for. All new methods are introduced to the laboratory must be validated and all analysts that will use must be properly trained and demonstrate competency in use before starting to act in specific cases, for them the methodology will be assessed repeatability. Likewise, the validation will run if major changes are introduced in methodology, or applied in a new situation (for example, a sample of new array). The validation or verification of a method are performed by a number of standard and experimental evidence than data accuracy, precision is obtained, etc. The process to be followed for it must be in writing as standard operating procedure. Once validated or verified

## CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

La empresa **MOLITALIA S.A** se funda en 1964 por un grupo de descendientes de inmigrantes Italianos. Al comienzo, limitados a la producción de harina de trigo, comercializada bajo la marca del mismo nombre, posteriormente el mismo éxito se tuvo en fideos, luego incursiona en el rubro de confitería como chupetes, caramelos, waffers, biscochos y demás.

Uno de sus objetivos es llevar productos con excelentes estándares de calidad a sus clientes que aseguren su consumo libre de contaminantes.

El mundo globalizado exige cada vez empresas sólidas y bien constituidas, este es el caso de Molitalia S.A. Que ha sabido mantenerse al frente durante todo este tiempo para ello se ha apoyado en profesionales competitivos además de proveerse de tecnología y herramientas sistemáticas. Es claro para Molitalia S.A. El fuerte compromiso que tiene con la calidad de sus productos, ello conlleva a estar en todo momento buscando oportunidades de mejora así como también el incremento de la eficiencia a nivel productivo.

En la elaboración de cualquier tipo de producto se debe utilizar una serie de procedimientos o métodos que garanticen su calidad y que aseguren que poseen la formulación adecuada. Los métodos más utilizados en cualquier tipo de industria son de tipo analítico (que son utilizados para dar a conocer resultados cualitativos, es decir, cualidades) y métodos cuantitativos (que dan a conocer cantidades), así como los métodos químicos (que dan a conocer fórmulas) y **físico/químicos** (que dan a conocer propiedades).

## 1.1. Antecedentes

Molitalia S.A, cuenta con un Laboratorio de Control de Calidad (Lab. Central), donde se llevan a cabo los ensayos físico- químico analíticos necesarios para garantizar la calidad de los diversos productos que ahí se analizan. Para esto se utilizan diversos métodos cualitativos y cuantitativos que arrojan datos considerados como fidedignos, los cuales se presentan en un manual de procedimientos analíticos, pero que no tienen la documentación que compruebe la validez de la exactitud y precisión de los métodos que se están utilizando, así mismo del personal, lo cual le ha conllevado en tener diversos problemas.

Estos problemas han conllevado a la empresa en tener alto gasto en el consumo de reactivos, así mismos gastos en el mantenimiento y calibración de sus equipos.

Estos problemas fueron reducidos cuando se implementó la validación y verificación de los métodos de ensayo aplicadas en el laboratorio central, ya que mediante a esta implantación el laboratorio demuestra que sus métodos proporcionan resultados fiables, lo cual no es necesario de realizar los ensayos una y otra vez para demostrar que los resultados son fiables.

## 1.2. Justificación

La razón por la que se debe de validar los métodos de ensayos físico-químicos utilizados en el laboratorio de control de calidad es para asegurar que los productos que se fabrican han sido sometidos a un estricto control de calidad con métodos confiables y seguros, dando a la empresa la seguridad de estar elaborando productos de la más alta calidad, cumpliendo con requisitos de las leyes nacionales y mundiales. La aplicación de procedimientos adecuados de control de calidad da a la empresa el respaldo necesario para competir con productos de la más alta categoría a nivel nacional e internacional. La falta de calidad en alguna de las propiedades o características de los productos, significa pérdida de clientes que son quienes deciden la fidelidad hacia un producto o marca específica y que al final son quienes deciden de manera directa el consumo del producto final. Así mismo pérdida por generación de merma o eliminación de productos aquellos que no cumplan con las especificaciones por falta de un buen control en sus propiedades físico químico. (Ver anexo I)

## **1.2.1. Objetivos**

### **1.2.1.1. Objetivo general**

Implementar las validaciones y verificaciones de las metodologías del laboratorio físico químico de la empresa Molitalia S.A.

### **1.2.1.2. Objetivo específico**

- Conseguir la confiabilidad de los resultados de los ensayos físicos químicos, producto de lo cual se redujo la cantidad de ensayos.
- Optimización de tiempo de los métodos de ensayos.
- Reducir el costo de consumo de reactivos.
- Reducir el costo de mantenimiento correctivo de los equipos.

## **CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO**

### **2.1. Métodos de ensayos**

Es un procedimiento definitivo que produce un resultado de prueba y/o análisis químicos o físicos-químicos. Una prueba puede ser considerada como operación técnica que consiste en la determinación de una o más características de un determinado producto, proceso o servicio de acuerdo con procedimiento especificado.

### **2.2. Ensayos**

Operación técnica realizada de acuerdo a un procedimiento específico, que consiste en la determinación cualitativa y/o cuantificación de una o más características (propiedades o analito) en un determinado producto, proceso o servicio.

### **2.3. Análisis químico**

Es el análisis químico se utiliza a las reacciones químicas y a las reacciones de distribución para efectuar la cuantificación o cualificación del analito (Valoraciones químicas). Las reacciones químicas se vuelven entonces el elemento cuantificador central del método. Los métodos volumétricos, gravimétricos, son ejemplos de métodos de análisis químico clásico. Las operaciones analíticas asociadas a estos métodos son la titulación, las precipitaciones, las extracciones líquidas, etc.

### **2.4. Análisis físico-químico**

En el análisis físico químico se utilizan las interacciones energía -materia para efectuar la cuantificación o cualificación del analito (Valoraciones instrumentales). Para llevar a cabo las interacciones energía-materia se requiere de instrumentos más sofisticados que aquellos usados en los métodos químicos, suele llamarse a los métodos físicos químicos métodos instrumentales de análisis.

### **2.5. Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo**

El laboratorio debe de tener procedimientos de control de la calidad para realizar el seguimiento de la validez de los ensayos. Los datos resultantes deben ser registrados en forma tal que se puedan detectar las tendencias y cuando en forma tal que se puedan detectar las tendencias y cuando sea posible, se deben aplicar técnicas estadísticas para la revisión de los resultados.

## 2.6. Validación de métodos de ensayos

Es el proceso por el cual se establece, mediante estudios de laboratorio, que las características de desempeño del método cumplen con los requisitos para las aplicaciones analíticas previstas.

Guía Eurachem (2005). *Guía de Laboratorio para la Validación de Métodos*.

## 2.7. ¿Cuándo es necesario validar un método de ensayo?

Un método de ensayo se valida cuando es necesario verificar que los parámetros ejecutados son los adecuados para resolver un problema analítico en particular. El laboratorio debe validar:

- Los métodos de ensayo no normalizados.
- Los métodos de ensayos normalizados modificados, ampliados o aplicados a un alcance diferente al originalmente establecido en la norma.
- Método Desarrollado / interno.

MÉTODO DE ENSAYO	OBJETIVO DE LA VALIDACIÓN
<b>Método normalizado modificado</b>	Comprobación de que el la modificación introducida en el método original no afecta la capacidad del laboratorio para proporcionar resultados confiables. Ejemplo: Cambio del método de extracción, otra matriz, cambio en el pH.
<b>Método desarrollado</b>	Comprobación de que el método cumple con las características necesarias para dar resultados confiables para el fin prepuesto.

## 2.8. Verificación de métodos de ensayos

Suministro de pruebas objetivas de que un elemento dado satisface los requisitos especificados.

Delgado, G. (2009). *Validación y verificación de métodos de ensayos*.

Es decir, es la comprobación experimental de que un método establecido funciona de acuerdo con las especificaciones, en las condiciones disponibles en el laboratorio usuario. Se entiende como verificación a las pruebas realizadas por un laboratorio en la rutina de trabajo que permiten comprobar y documentar la aplicabilidad y uso adecuado del método por parte del laboratorio.



## 2.9. ¿Cuándo es necesario verificar un método de ensayo?

Un método de ensayo se verifica cuando es necesario comprobar que el laboratorio domina el ensayo y lo utiliza correctamente. El laboratorio debe verificar:

- Los métodos normalizados.

MÉTODO DE ENSAYO	OBJETIVO DE LA VERIFICACIÓN
Método normalizado	Comprobación de que el laboratorio domina el ensayo y lo utiliza correctamente.

## 2.10. ¿Validación o Verificación?

### Validación :

Validar un método es básicamente el proceso para definir un requisito analítico, y la confirmación de que cuenta con capacidades consistentes con las aplicaciones requeridas. Inherente a esto está la necesidad de evaluar el desempeño del método.



Validación de un método aplicada para métodos no normalizados método modificado o método desarrollado (interno)

### Verificación:

Aportación de evidencia objetiva, de que un elemento dado satisface los requisitos especificados. Consiste en que un laboratorio confirma su capacidad para la aplicación de un método normalizado, el cual ya cuenta con validación básica. Esto implica que debe realizarse algún trabajo experimental para demostrar que el método funciona adecuadamente en el laboratorio, aunque la carga de trabajo es probable que sea considerablemente menor en comparación con la validación de un método que se ha desarrollado internamente.



Verificación de un método aplicada para métodos normalizados

## 2.11. Fundamentos de estadística básica.

Para los fines de una validación, se utilizan normalmente ciertas mediciones estadísticas, que nos ayudan a establecer si el método se encuentra dentro de un **parámetro aceptable**, normalmente se determinan las siguientes:

### 2.11.1. Media

Conocida también como media aritmética o promedio, es la cantidad total de la variable (muestra o medida) distribuida en partes iguales entre cada observación. En términos matemáticos, es igual a la suma de todos sus valores dividida entre el número de sumandos.

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

Dónde:

- ✓  $x_i$  = valor de una lectura.
- ✓  $n$  = número de lecturas.

### 2.11.2. Desviación estándar ( $\sigma$ , $S$ )

Es el promedio de lejanía de los valores obtenidos (lecturas) respecto del promedio.

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

Dónde:

- ✓  $x_i$  = valor de una lectura.
- ✓  $\bar{X}$  = promedio de la totalidad de lecturas.
- ✓  $n$  = número de lecturas.

### 2.11.3. Coeficiente de varianza

Es la desviación estándar dividida por la media. También es conocida como desviación estándar relativa (**RSD**). El coeficiente de variación puede ser expresado en porcentaje:

$$\%CV = \frac{S}{\bar{X}} \times 100$$

Dónde:

- ✓  $S$  = desviación estándar de las lecturas.
- ✓  $\bar{X}$  = promedio de la totalidad de lecturas.

**Varianza:** Es una medida de dispersión definida como el cuadrado de la desviación estándar.

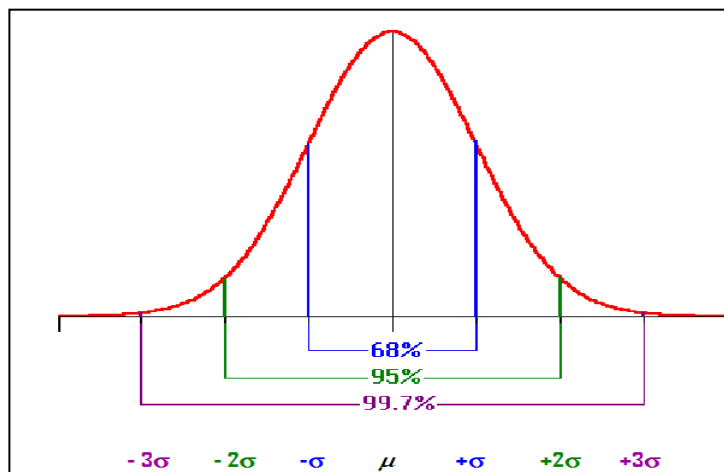
$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n-1}$$

**Dónde:**

- ✓  $x_i$  = valor de una lectura.
- ✓  $\bar{X}$  = promedio de la totalidad de lecturas.
- ✓  $n$  = número de lecturas.

#### 2.11.4. Distribución Normal

Distribución continua conocida también como distribución Gaussiana, la distribución de una variable normal está completamente determinada por dos parámetros, **su media** y su **desviación estándar**, denotadas generalmente por  $\mu$  y  $\sigma$ . La distribución normal se caracteriza por tener una única moda, que coincide con su media y su mediana. Su expresión gráfica es una curva normal, cuya forma es similar a los histogramas con forma de campana, es conocida como campana de gauss que es simétrica respecto a su media y asintótica al eje de abscisas, esto hace que cualquier valor entre  $-\infty$  y  $+\infty$  es teóricamente posible. El área total bajo la curva es, por tanto, igual a 1. Para este tipo de variables existe una probabilidad de un 50% de observar un dato mayor que la media, y un 50% de observar un dato menor.



- La probabilidad de que  $X_0$  caiga en el intervalo comprendido entre  $\mu + \sigma$  es aproximadamente 0,687 o 68,27%.

- La probabilidad de que  $X_0$  caiga en el intervalo comprendido entre  $\mu + 2\sigma$  es aproximadamente 0,9545 o 95,45%.
- La probabilidad de que  $X_0$  caiga en el intervalo comprendido entre  $\mu + 3\sigma$  es aproximadamente 0,9973 o 99,73%.

**Nivel de significancia (Alfa,  $\alpha$ )** : Es el nivel de significación utilizado para calcular el nivel de confianza. **El nivel de confianza** es igual a 100% (1 -  $\alpha$ ), **es decir, un alfa ( $\alpha$ ) de 0,05 indica un nivel de confianza de 95%.**

**Factor de cobertura:** Número mayor que uno por lo que una combinación de incertidumbre en la medición estándar se multiplica a obtener una incertidumbre expandida de medida. Un factor de cobertura suele ser simbolizada **k**.

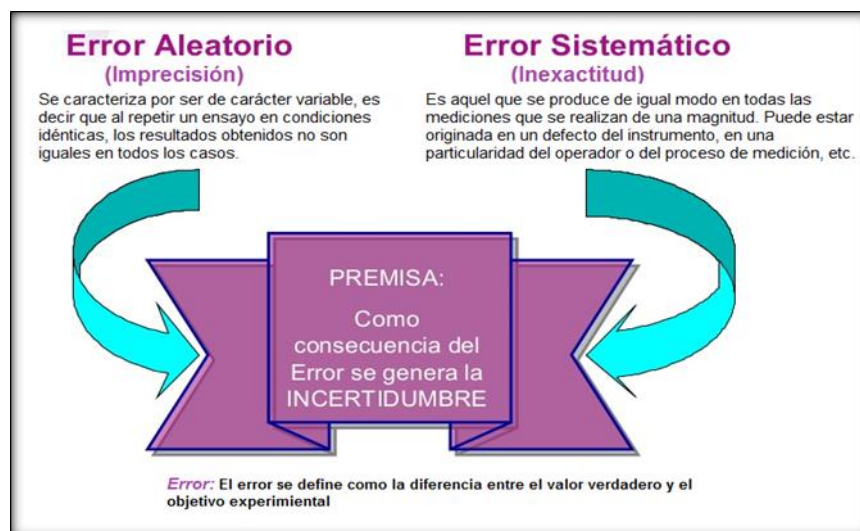
Frederick, M. (1991). *Principios de garantía de calidad para laboratorios analíticos*.

### 2.11.5. Prueba de significancia

Es frecuente utilizar pruebas de significancia estadísticas durante el proceso de validación de los métodos de ensayos en este sentido, se aplican comúnmente las siguientes:

1. Prueba t- student para identificar errores sistemáticos (**sesgo**).
2. Prueba La ecuación de Horwitz para identificar errores aleatorios (**precisiones**).

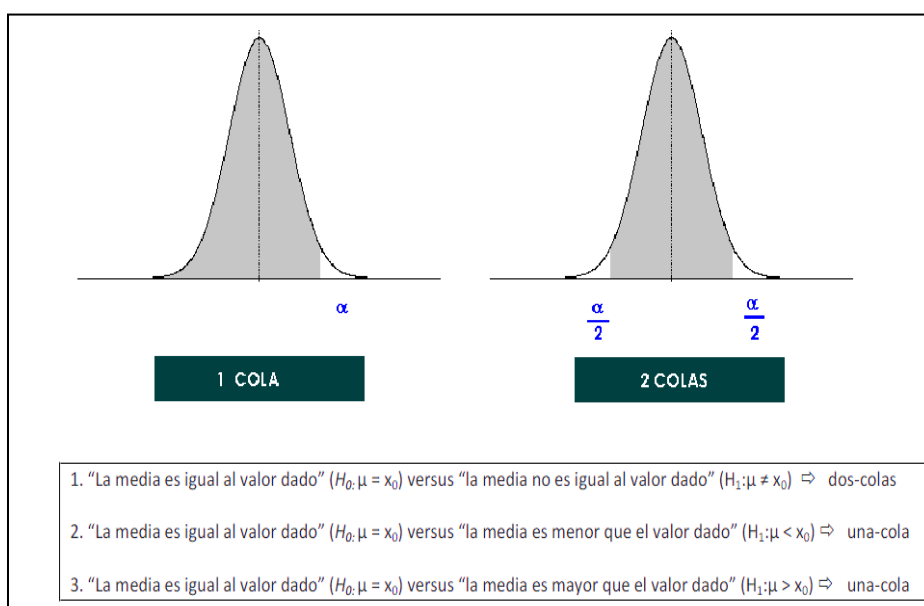
Figura N° 2-1. Diferencias entre error aleatorio y error sistemático



Fuente: Elaboración propia

Al hacer una prueba de significancia se comprueba la **veracidad** de una hipótesis experimental, llamada “**hipótesis alternativa**” (**H1, si hay diferencia**) con respecto a la **hipótesis nula (H0, no hay diferencia)**. Es la hipótesis alternativa la que determina el número de colas. Si la **hipótesis alternativa** contiene la frase “**mayor que**” o “**menor que**”, la prueba es de **una-cola**. Si la hipótesis alternativa contiene la frase “**no es igual que**”, la prueba es de **dos-colas**.

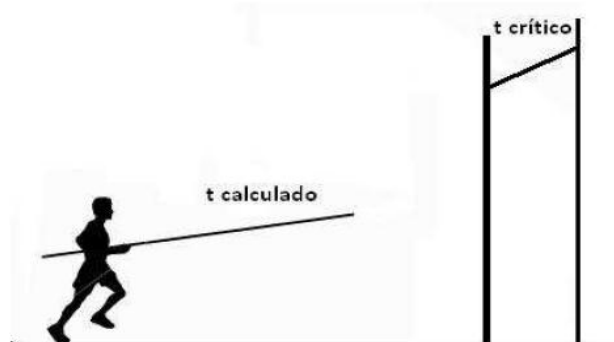
(National Food Administration of Sweden)



### 2.11.6. Prueba t-Student

Esta prueba permite comparar las medias de dos grupo de datos y determinar si entre estos parámetros las diferencias es estadísticamente significativo.

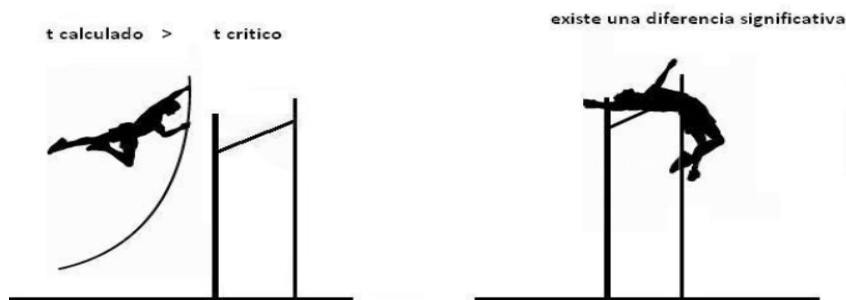
En la prueba **t**, se procede a determinar el valor **t** de student calculado, obtenido de la experiencia analítica, y este valor posteriormente se compara con el llamado valor crítico, este valor critico se obtiene de la tabla de t-student para un determinado porcentaje de confiabilidad (normalmente se utiliza el **95%** de confianza, es decir, un valor  $\alpha$  de 0,05). Si no existen diferencias significativas entre 2 grupos, la **t** calculada debería ser inferior al **t** crítico (o conocido también como t de tabla). El siguiente ejemplo, trata de explicar la afirmación realizada anteriormente: Un atleta desea realizar un salto con garrocha, para lo cual, el realiza un cálculo de con que velocidad y con qué fuerza (**t** calculado) debe realizar la prueba de atletismo, a fin de saltar correctamente la altura establecida para la competencia (**t** critico).



Si el **t calculado** es inferior al t crítico, entonces, **no existirá una diferencias significativa** que permita superar al t crítico, y el atleta no podrá realizar el salto.



Si el valor **t calculado** es superior al t crítico, entonces, **existirá una diferencia significativa** que permitirá superar al **t crítico**, y el atleta podrá realizar el salto.



Para explicar de mejor manera la prueba de t-Student, he incluido los siguientes ejemplos:

### **EJEMPLO 1: Prueba t-Student para 2 variables independientes**

Se realiza el análisis de una muestra de flúor en agua bajo el método de cromatografía iónica en laboratorio 1 y por EIS en Laboratorio 2. Los resultados obtenidos en mg/L de F<sup>-</sup>, fueron:

Nivel Observaciones	Grupo/Experiencia	
	1	2
1	4,5	5,3
2	5,2	6,8
3	5,0	6,9
4	6,4	7,1
5	6,0	7,7
6	7,1	---

- Experiencia 1: n<sub>1</sub>=6 - Media X<sub>1</sub>=5,70 - Desviación estándar S<sub>1</sub>= 0,9716
- Grados de libertad gl<sub>1</sub>= 5 - Experiencia 2: n<sub>2</sub>=5 - Media X<sub>2</sub>= 6,76
- Desviación estándar S<sub>2</sub> = 0,8877 - Grados de libertad gl<sub>2</sub>= 4

Se determina el valor t calculada (t<sub>calc</sub>):

$$t_{calc} = \frac{(X_1 - X_2)}{\sqrt{\frac{S_1^2(n_1-1) + S_2^2(n_2-1)}{n_1+n_2-2} \cdot \frac{(1+1)}{(n_1 n_2)}}$$

$$t_{calc} = \frac{(5,70 - 6,762)}{\sqrt{\frac{(0,9716)^2(6-1) + (0,8877)^2(5-1)}{6+5-2} \cdot \frac{(1+1)}{(6 \cdot 5)}}$$

$$t_{calc} = \frac{(-1,06)}{\sqrt{(0,93524) \cdot (0,1667 + 0,2)}}$$

$$t_{calc} = \frac{1,06}{0,34292} = 3,09$$

Se desea determinar si son iguales las medias de la experiencia 1 y 2. Para esto se procede luego a determinar el **t crítico** en la tabla t-student para **α =0,05**.

En la intersección se lee: valor crítico para t, que es **t crit= 2,262**.

2 colas $\alpha/2$	80% 0.10	90% 0.05	95% 0.025
1	3.078	6.314	12.706
2	1.886	2.920	4.303
3	1.638	2.353	3.182
4	1.533	2.132	2.776
5	1.476	2.015	2.571
6	1.440	1.943	2.447
7	1.415	1.895	2.365
8	1.397	1.860	2.306
9	1.382	1.833	2.262
10	1.372	1.812	2.228

Se procede a comparar el t crítico y el t calculado,  $t_{\text{calc}} = 3,09$ .

Se observa.  $t_{\text{calc}} > t_{\text{crit}}$ . Concluimos que **existen diferencias significativas**. Por lo cual el resultado **SE ACEPTA**.

### EJEMPLO 2: Prueba t-student para comparación de muestral versus un valor de referencia

Se analiza de un material de referencia certificado de hierro en cereal, se realizan 4 réplicas, el método utilizado es absorción atómica llama, los resultados obtenidos en mg/Kg son:

Observaciones	Valor obtenido
1	5,8
2	6,1
3	6,4
4	6,2

El valor asignado, informado en el certificado del MRC es;  $\mu = 6,3 \text{ mg/Kg}$

#### Experiencia:

- ✓ **Observaciones pareadas n=4**
- ✓ **Media  $\bar{X} = 6,05$**
- ✓ **Desviación estándar  $S = 0,387$**
- ✓ **Grados de libertad ( $n-1$ )= 3**



Se determina el valor t calculada ( $t_{calc}$ ):

$$T_{Calc} = \frac{\bar{x} - \mu}{s / \sqrt{n}}$$

$$T_{calc} = \frac{(6,05 - 6,3)}{0,387\sqrt{4}} = 1,292$$

Se procede luego a determinar el t crítico en la **tabla t-student** para  $\alpha=0,05$ . En la intersección se lee: valor crítico para t, que es **t crit= 3,182**

2 colas	80%	90%	95%
$\alpha/2$	0.10	0.05	0.025
v			
1	3.078	6.314	12.706
2	1.886	2.920	4.303
3	1.638	2.353	3.182
4	1.533	2.132	2.776

Se procede a comparar el t crítico y el t calculado,  $t_{calc} = 1,292$ . Se observa que: **t calc < t crit**. Concluimos que **no existen diferencias significativas**. Por lo cual el resultado **SE ACEPTA**.

### 2.11.7. Coeficiente de varianza de Horwitz (CVh) o (RSD Horwitz)

Es el coeficiente de variación definido por Horwitz, a través de la ecuación obtenida de un estudio estadístico. En dicho estudio, Horwitz después de reunir una serie de datos (provenientes de 150 ensayos de interlaboratorios organizados por AOAC), observó que el coeficiente de variación de los valores medios dados por los diferentes laboratorios aumentaba a medida que disminuía la concentración del analito. Lo cual definió que la ecuación dada era muy importante para evaluar un dato de los ensayos realizados en el laboratorio.

La **ecuación de Horwitz**, está definida como:

$$CV_h = 2(1-0.5.\log c)$$

Ó

$$\sigma_H = 0.02 \times c^{0,8495}$$

Dónde:

- ✓  $CV_h$  = Coeficiente de variación de Horwitz
- ✓  $\sigma_H$  = Desviación estándar calculada conforme al modelo de precisión de Horwitz.
- ✓  $C$  = concentración del analito expresado en potencia de 10 (Ver tabla No 1).

Este coeficiente de variación (**CVh**) esta expresado en potencia de 2, y la concentración media del analito expresado como potencia de 10, de esta forma independiente del analito y el método utilizado se puede estimar el CV esperado para la **precisión**.

Tabla n.º 2-1. Concentración del analito expresado en potencia

Concentración	Razón (Potencia de 10)	Unidad
100	1	100% (100 g/100 g)
$\geq 10$	$10^{-1}$	$\geq 10$ % (10 g/100 g)
$\geq 1$	$10^{-2}$	$\geq 1$ % (1 g/100g)
$\geq 0,1$	$10^{-3}$	$\geq 0,1$ % (1 mg/g ó 0,1 g/100 g)
0,01	$10^{-4}$	100 mg/kg
0,001	$10^{-5}$	10 mg/Kg
0,0001	$10^{-6}$	1 mg/Kg
0,00001	$10^{-7}$	100 $\mu$ g/Kg
0,000001	$10^{-8}$	10 $\mu$ g/Kg
0,0000001	$10^{-9}$	1 $\mu$ g/Kg

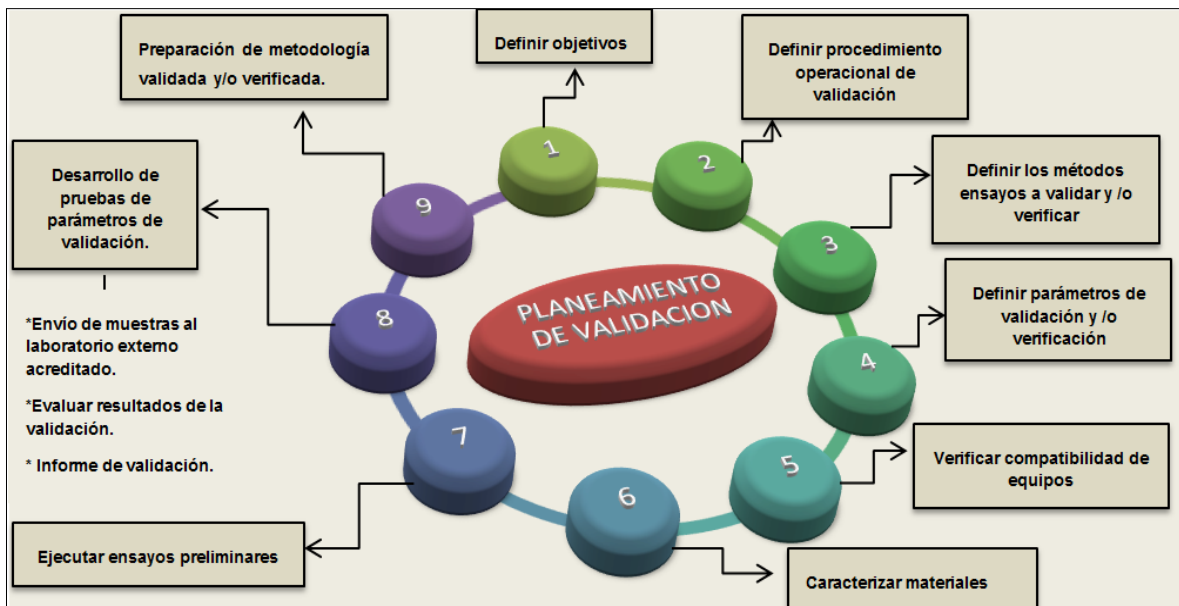
Horwitz comenta que el coeficiente de varianza ( $CV_h$ ) ha sido propuesto como un valor de referencia para evaluar el desempeño en pruebas interlaboratorio. Cabe destacar que las autoridades regulatorias de la Unión Europea lo han incorporado como criterio de aceptación para métodos de análisis con fines regulatorio. Así mismo la comisión de codex Alimentarius **reconoce que la ecuación de Horwitz** es relevante en la **estimación de precisión**.

Para determinar la ecuación se necesita el RSD experimental.

$$RSD (C_v) \text{ exp} = S/\text{media} \times 100$$

## 2.12. Planeamiento de validación

Figura n.º 2-2. Planeamiento de validación.



Fuente: Elaboración propia.

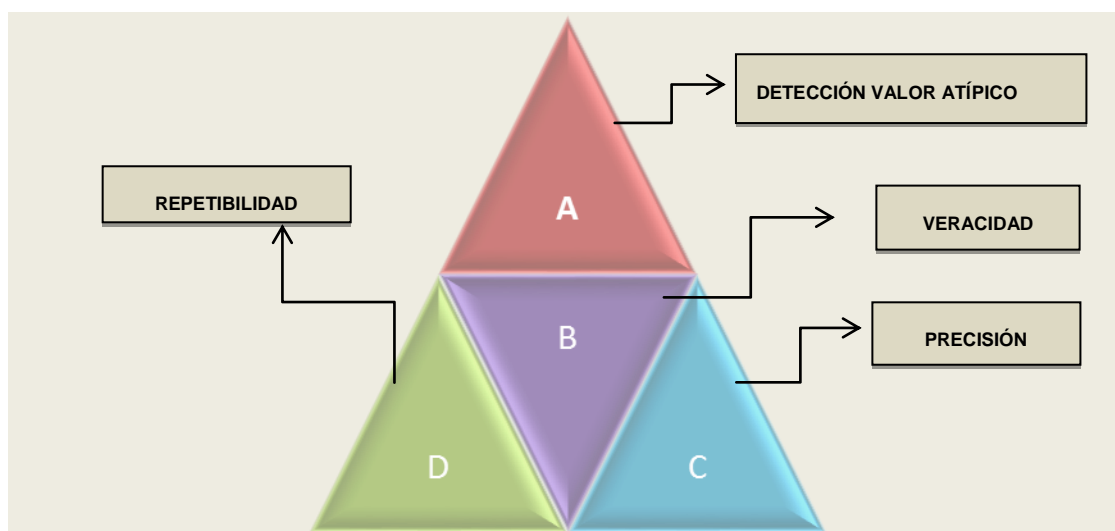
### 2.12.1. Definir objetivo

Para que un objetivo, pueda funcionar con eficiencia es importante desarrollar una percepción previa de los resultados que pretendemos alcanzar. Cuando se tiene bien definida la dirección se puede enfocar y dirigir, la energía se concentra en esa trayectoria.



## 2.12.2. Definir parámetros de validación

Figura n.º 2-3. Parámetros de validación



Fuente: Elaboración propia.

### 2.12.2.1. Detección valor atípico

Un valor atípico es una observación extrañamente grande o pequeña. Los valores atípicos pueden tener un efecto desproporcionado en los resultados estadísticos, como la media, lo que puede conducir a interpretaciones engañosas. Por ejemplo, un conjunto de datos incluye los valores: 1, 2, 3, y **34**. Así mismo podemos definir que son observaciones cuyos valores son muy diferentes a las otras observaciones del mismo grupo de datos.

#### A. Manejo de valores atípicos en método de ensayo.

En un método de ensayo se evalúa un valor aberrante o inconsistente único (atípico), con el **Z-Score**. El z-score también conocido como puntuación estándar, valores z, z-score, resultados normales, y las variables estandarizadas, el uso de "Z" se debe a la distribución normal es también conocida como la "distribución de Z", indica el número de estándar las desviaciones de una observación o dato está por encima o por debajo de la media. Es una cantidad adimensional obtiene restando la media de la población a partir de un puntaje bruto individual y luego dividiendo la diferencia por la desviación estándar de la población.

$$ZscoreZ = (x - media) / s$$

**Dónde:**

- ✓ **X** = N° de ensayo
- ✓ **S** = Desviación estándar

Para la evaluación de resultados **Zcore** nos indica lo siguiente.

$$\begin{aligned} |Z| \leq 2 & \text{ --> satisfactorio} \\ 2 < |Z| < 3 & \text{ --> cuestionable} \\ |Z| \geq 3 & \text{ ---> no satisfactorio (atípico)} \end{aligned}$$

#### 2.12.2.2. Veracidad

Determina el grado de coincidencia existente entre el valor medio obtenido de una serie de resultados y un valor de referencia aceptado. La veracidad puede ser determinada por sesgo.

##### A. Sesgo (s):

La diferencia entre la expectativa relativa a los resultados de un ensayo o una medición y el valor verdadero. En la práctica el valor convencional de cantidad puede sustituir el valor verdadero. El sesgo es el error sistemático total en contraposición al error aleatorio. Para determinar el sesgo puede utilizarse material de referencia.

- Material ensayo de aptitud: Para este fin, se debe medir un analito de concentración conocido y se determina la diferencia en valor absoluto entre el valor conocido y la media del valor obtenido. Una diferencia sistemática importante en relación al valor de referencia aceptado se refleja en un mayor valor del sesgo, cuanto más pequeño es el sesgo, mayor veracidad indica el método.

$$s = X - X_a$$

**Dónde:**

- ✓ **S**= Sesgo
- ✓ **X** = Lectura obtenida o valor promedio de las lecturas obtenidas.
- ✓ **Xa** = Valor asignado, valor certificado del material de referencia o valor esperado.

Para evaluar el sesgo, se debe realizar la **prueba t**, en la cual el **t<sub>cal</sub> < t<sub>crit</sub>**:

$$T_{Cal} = \frac{x - \mu}{s / \sqrt{n}}$$

**Dónde:**

- ✓ **t<sub>calc</sub>**= t observado o calculado
- ✓  $\bar{X}$ = Promedio de valores leídos u observados en concentración
- ✓ **S**= Desviación estándar
- ✓ **n**= Número de lecturas o valores observados.
- ✓  $\mu_{(Xa)}$ = Valor a analizar

Buscar **t- Student teórico** en tabla para grados de libertad ( $\nu$ ) y el porcentaje de seguridad deseado ( $1 - \alpha$ ) para un error  $\alpha$ . Usualmente se trabaja con un valor de 0,05.

**Ejemplo ejercicio de sesgo:**

Para un valor asignado de un material de referencia certificado **de 20,1 mg/L de N-NO<sub>2</sub>**, los

Valores obtenidos son:

Lectura	Resultado mg/L	(X-Xa)	Sesgo s
1	20,4	20,4-20,1	0,3
2	20,8	20,8-20,1	0,7
3	20,6	20,6-20,1	0,5
4	20,0	20,0-20,1	-0,1
5	20,4	20,4-20,1	0,3
6	20,6	20,6-20,1	0,5
7	20,5	20,5-20,1	0,4
8	19,9	19,9-20,1	-0,2
9	20,3	20,3-20,1	0,2
10	20,3	20,3-20,1	0,2

Desviación estándar  $S = 0,27$

Promedio de las lecturas  $X = 20,38$

Valor asignado a la muestra  $X_a = 20,1$

Número de lecturas  $n = 10$

$\sqrt{n} = \sqrt{10} = 3,162$

$$t_{\text{calc}} = \frac{[X_a - X]}{0,27 \times \sqrt{10}} = \frac{[20,1 - 20,38]}{0,27 \times \sqrt{10}} = 0,32$$

Se desea establecer si existe una diferencia significativa entre el valor obtenido de la experiencia analítica y el valor de referencia. Entonces, para determinar el t teórico o crítico para grados de libertad de  $n-1$  (es decir de  $10-1=9$ ), un valor  $\alpha = 0,05$  y 2 colas, se extrae de tabla el t crítico que es de **2,262**, cumpliéndose que  **$t_{\text{calc}} < t_{\text{crit}}$** , ya que  **$0,32 < 2,262$** . Es decir; **no hay diferencias significativas**.

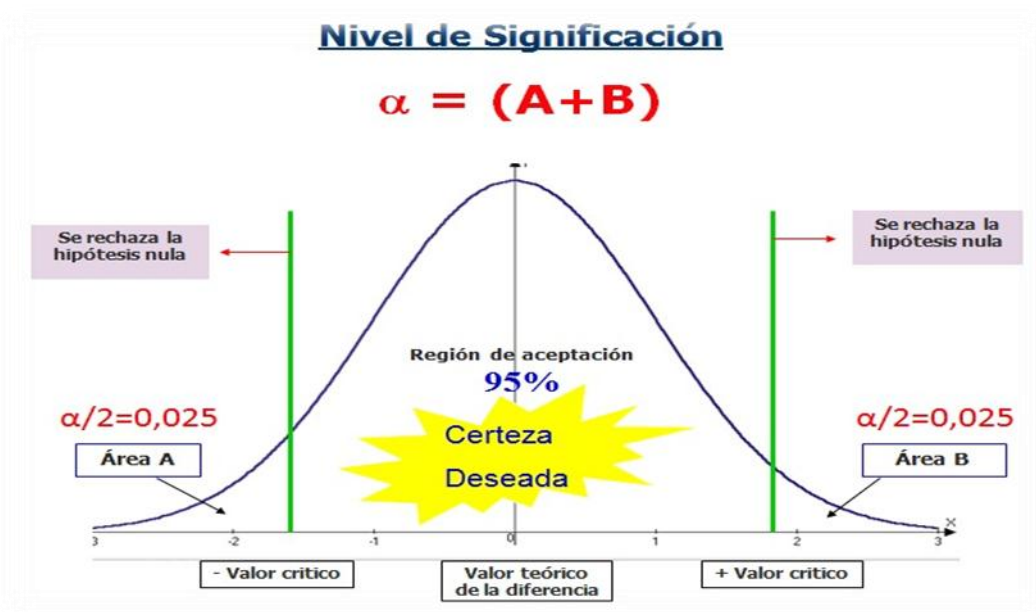
2 colas $\alpha/2$	80% 0.10	90% 0.05	95% 0.025
1	3.078	6.314	12.706
2	1.886	2.920	4.303
3	1.638	2.353	3.182
4	1.533	2.132	2.776
5	1.476	2.015	2.571
6	1.440	1.943	2.447
7	1.415	1.895	2.365
8	1.397	1.860	2.306
9	1.383	1.833	2.262
10	1.372	1.812	2.228

“A través del ejercicio se puede observar que para la medición de Nitritos en agua el sesgo obtenido para el método utilizado es aceptable, y por lo tanto su veracidad es aceptable”

**EI T-STUDENT** que se aplicó es un modelo de distribución de probabilidad que surge de estimar la media de una población normalmente distribuida cuando el tamaño de la muestra es pequeño, para muestra de este caso se presenta esta validación. Sirve para la determinación de las diferencias entre las dos medias muestrales y para la construcción del intervalo de confianza para la diferencia entre las medias de dos poblaciones.

Y la **PRUEBA T-STUDENT**, se basa en el cálculo variables: el número de observaciones, la media y la desviación típica en cada grupo. A través de estos estadísticos previos se calcula el estadístico de contraste experimental. Las hipótesis que hacemos para poder

aplicar la t de Student son que en cada grupo la variable estudiada siga una distribución Normal y que la dispersión en ambos grupos sea homogénea (hipótesis de varianzas). Si no se verifica que se cumplen estas asunciones los resultados de la prueba t de Student no tienen ninguna validez.



### 2.12.2.3. Precisión

El grado de coincidencia entre los resultados de las muestras individuales de una muestra homogénea. La precisión debe evaluarse a través del intervalo de cuantificación especificado en el método. La precisión se expresa como Desviación Estándar Relativa (RSD) La precisión del método debe incluir todas las fuentes de variación desde la preparación de la muestra hasta el redondeo del resultado final de la prueba CODEX. (2009). Directrices sobre la terminología analítica (CAC/GL 72-2009).

Para determinar si los resultados de los ensayos a realizar son precisos, se debe aplicar la ecuación de **Horwitz**.

Ecuación:

$$\text{RSD Horwitz} = 2 \wedge (1-0.5 \cdot \log C)$$



Para determinar la ecuación se necesita el RSD experimental

$$\text{RSD exp} = S/\text{media} \cdot 100$$

#### 2.12.2.4. Repetibilidad

Es la precisión bajo las condiciones de repetibilidad, es decir, condiciones donde los resultados de análisis independientes se obtienen con el **mismo método** en ítems de análisis idénticos en el **mismo laboratorio** por el **mismo operador** utilizando el **mismo equipamiento** dentro de intervalos cortos de tiempo. Se puede determinar registrando a lo menos 6 mediciones bajo las mismas condiciones.

La repetibilidad se calcula con ayuda de: Media, desviación estándar y la varianza

Así mismo con la fórmula de la variable T.

$$T_1 = \sum n_i$$

$$T_2 = \sum (n_i - 1) S_i^2$$

Dónde:

- ✓  $n_i$  = número de ensayos del analista.
- ✓  $S_i$  = Desviación estándar

Una vez calculado el valor de “T”, se procede calcular la **REPETIBILIDAD**, aplicando la siguiente formula:

$$S_r^2 = \frac{T_5}{T_3 - P}$$

Lo cual para definir si mi método de ensayo es Repetible se debe de pasar.

**Dónde:**

✓ **P** = número de analistas

Para definir y tomar la decisión si nuestros resultados es **REPETIBLE** se toma el siguiente criterio:

✓ Si el **RSD<sub>r</sub>** es **≤ RSD Horwitz**, decimos que nuestro ensayo es repetible.

Para ello se debe de pasar el  $\sqrt{s_r}$  a  $s_r$  Quiere decir sacar la raíz cuadrada de  $\sqrt{s_r}$

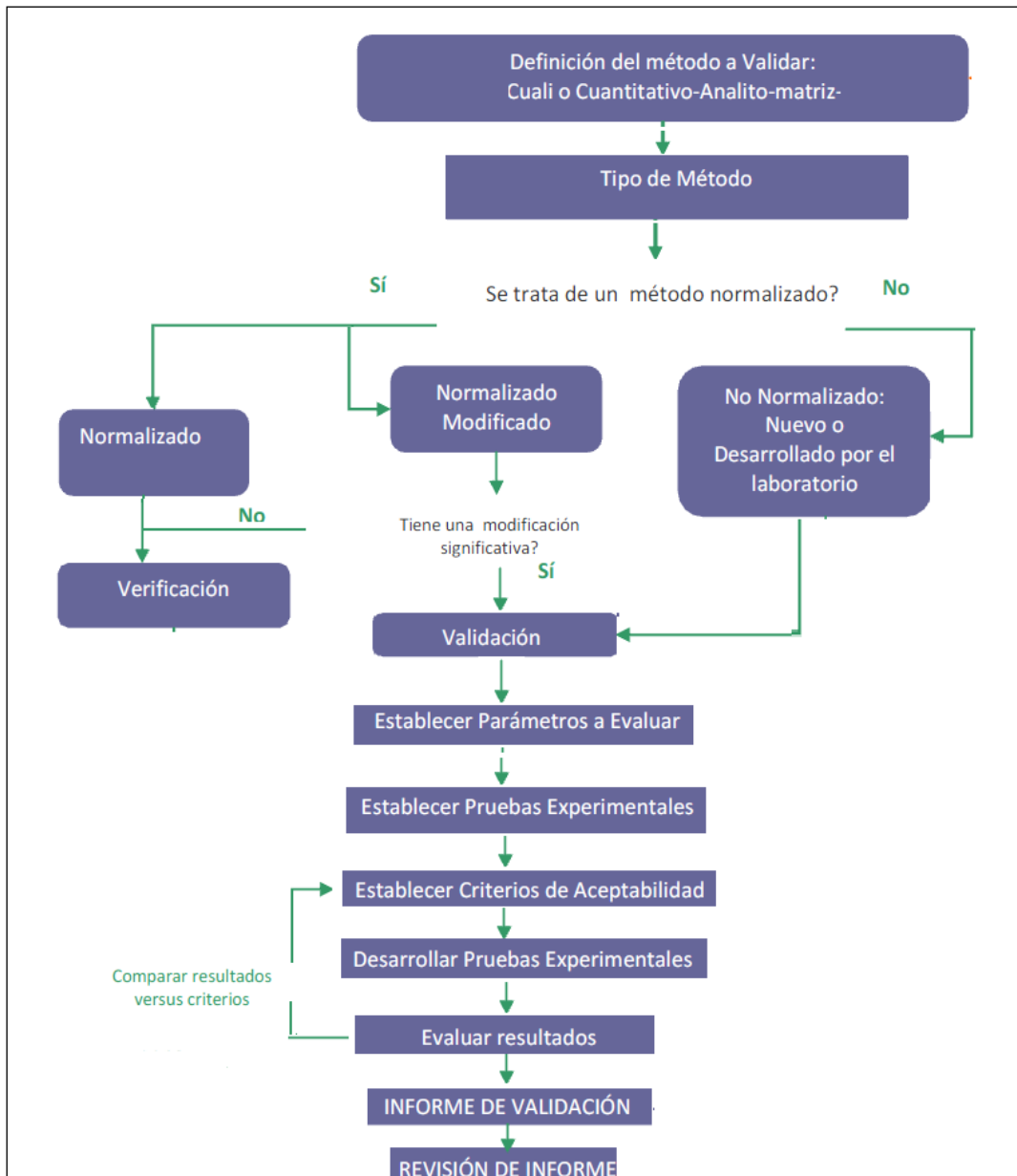
### **2.12.3. Definir procedimiento operacional de validación y/o verificación**

Para poder garantizar la uniformidad, reproducibilidad y consistencia de las características de los productos o procesos realizados en una empresa es necesario el adecuado ordenamiento del personal mediante procedimientos operativos a partir de los cuales se detallan funciones y responsabilidades. Estos son aquéllos procedimientos escritos que describen y explican cómo realizar una tarea para lograr un fin específico, de la mejor manera posible.

### **2.12.4. Definir los métodos de ensayos a validación y/o verificación**

Se define y se clasifica que métodos de ensayos van a ingresar a ser validados.

Figura n.º 2-4. Diagrama cuando validar o verificar un método de ensayo.



### 2.12.5. Verificar compatibilidad de equipos

La verificación de compatibilidad de equipos es identificar si las características de operación de los equipos con lo que cuenta el laboratorio son compatibles con las exigencias por el método en estudio.

Los equipos deben cumplir con las especificaciones relevantes para los ensayos. Esto implica que se debe, en primer lugar, definir las especificaciones de los equipos. De esta manera, si se cumplen las especificaciones definidas, el equipo será adecuado para realizar los ensayos.

- Se deben identificar y documentar los equipos y su software.
- Se deben calibrar y/o comprobar los equipos para determinar si cumplen las especificaciones del laboratorio.
- Se debe indicar el estado de calibración en el instrumento junto con las fechas de la última calibración y de la siguiente.
- Realizar y controlar un plan de mantenimiento y calibración de los equipos del laboratorio.



### 2.12.6. Caracterización de materiales y reactivos

Seleccionar los tipos de materiales a usar más idóneo para cada metodología a evaluar, así mismo los reactivos.

- Los reactivos deben de estar en buenas condiciones (fecha de vencimiento vigente, no contaminado, que tenga su certificado de calidad).
- Los materiales deben de estar en buenas condiciones ( No debe de estar roto, sucio)



### 2.12.7. Ejecutar ensayos preliminares

Una **evaluación**, un estudio o un ensayo preliminar pueden ayudar a la formación de un cierto panorama o a aclarar el camino antes de obtener la información definitiva y concluyente. Esto quiere decir que los datos preliminares son susceptibles de modificación.

La finalidad de estos ensayos determinar cuáles son las necesidades desde el punto de vista operativo, tecnológico y administrativo. Así mismo determina cuáles son las causas que pueden provocar un sesgo error en el ensayo. El objetivo de ejecutar un ensayo preliminar es reunir la información que permita evaluar los méritos de la solicitud del método a utilizar y emitir un juicio, con conocimiento de causas con respecto a la factibilidad del ensayo mismo. Es mediante este proceso que el evaluador se plantea varias preguntas que le permiten identificar la problemática que enfrentara al desarrollar la validación y/o verificación y concientizarse del problema a resolver. Algunas de las preguntas que se responden al estudiar los procesos durante el ensayo son:

- ¿Qué es lo que se hace?
- ¿Cómo se hace?
- ¿Con qué frecuencia se presenta un determinado suceso?
- ¿Qué tan grande es el volumen de transacciones y decisiones?
- ¿Cuál es el grado de eficiencia con que se realizan las tareas?

### **Deberes de los participantes**

Analizar el material en el tiempo establecido. Cuando el estudio se realiza para evaluar un método analítico, debe seguirse estrictamente lo indicado en el método, sin omitir pasos o cambiar equipos y reactivos. Realizar el número indicado de determinaciones, ni más ni menos. Expresar los resultados en la forma que se solicita. Suministrar todos los datos que sean solicitados, como: gráficos, curvas de calibración y otros. Informar los valores según las indicaciones del instructivo que le ha sido enviado junto con las muestras que se deben analizar. Informar cualquier incidencia ocurrida durante la ejecución del ensayo.

### **En la preparación y manipulación de las muestras**

Cuando el laboratorio necesita preparar las muestras de referencia, deberá cumplimentar los siguientes aspectos:

- ✓ Garantizar la homogeneización de las muestras.
- ✓ Emplear métodos de conservación de acuerdo con el tipo de muestra y los fines para los que se ha previsto (liofilización, congelación o esterilización entre otros).
- ✓ En la preparación de las muestras no se emplearán utensilios, cristalería y equipos que puedan contaminar el producto (muestra de referencia); esto es válido para los envases, los cuales deben garantizar un cierre hermético.
- ✓ Cuando se envíe la muestra a un laboratorio externo enviar las muestras por procedimientos ágiles, que permitan que éstas lleguen a su destino en el menor tiempo posible y con seguridad, por lo que el embalaje de ellas será adecuado para su protección.
- ✓ Para que los resultados sean confiables, se deberán cumplimentar todas las indicaciones que aparecen en el instructivo que envía el centro coordinador.



En este ensayo se evaluará si los resultados se encuentran conforme para dar inicio a la validación y/o verificación. Para determinar si está conformidad se utilizará el **parámetro de Detección valor atípico**.

### 2.12.8. Desarrollo de pruebas de parámetros de validación

Para el desarrollo de las pruebas de validación, los analistas a cargo deberán conocer el procedimiento de método de ensayo y el número de ensayos o mediciones a realizar.

*(IMPORTANTE: El personal responsable de realizar los análisis se encuentre debidamente calificado, y los equipos asociados al método deberían encontrarse calibrados o controlados antes de su uso.)* Los resultados obtenidos en cada prueba deben ser debidamente registrados y almacenados. Los ensayos o mediciones realizadas serán con el fin de poder realizar las siguientes pruebas de parámetros de validación y/o verificación: Precisión, veracidad, repetibilidad y reproducibilidad.

El analista o responsable de la validación Y/o verificación deberá con los resultados obtenidos de cada prueba realizar los cálculos matemáticos, comparativos y/o estadísticos correspondientes a cada ensayo para lo cual podrá utilizar para ese fin un software estadístico, calculadora o una planilla de cálculo (ejemplo: Excel).

#### a. Evaluar resultados de validación

Se deberá evaluar para cada parámetro de validación y/o verificación, si los resultados de las pruebas son satisfactorios, es decir, si cumplen con los criterios de aceptabilidad establecidos en cada parámetro. Se considera que el método esta validado o verificado cuando cumpla con los criterios. Para concluir si nuestros resultados están conformes, así mismo son fiables nos debemos de apoyar con un dato de referencia, un dato de referencia lo podemos obtener mediante un laboratorio externo acreditado, lo cual se denomina como una comparación interlaboratorio.

**Comparación interlaboratorio**, referidos también como estudios colaborativos estudios cooperativos, como herramienta para validar métodos. Existen numerosos protocolos relacionados con este tipo de validación, así como la familia de normas ISO 5725 reconocida como aplicable de forma general.

**b. Realización de informe**

El propósito de presentar un informe es comunicar, de manera ordenada y comprensible, los objetivos procedimientos y resultados obtenidos al realizar un trabajo experimental.

El responsable de la validación, deberá realizar un informe en el cual presentara los resultados obtenidos y conclusiones. El informe debe contener la declaración de la aplicabilidad del método. Este informe deberá ser revisado por una tercera persona que tenga conocimiento en el área, y que no haya formado parte del proceso de validación y/o verificación. En dicha revisión se deberá establecer si los criterios de aceptabilidad establecidos en el plan son aceptables, y si el método es idóneo para el fin previsto.

**2.12.9. Preparación de metodología validada y/o verificada**

Es un documento en el que se compilan o agrupan los diferentes procedimientos necesarios para completar una tarea, teniendo como fin establecer una adecuada comunicación a los actores involucrados que les permita realizar sus tareas en forma ordenada y sistemática.



## 2.13. DEFINICIÓN DE TÉRMINOS BÁSICOS

### 2.13.1. Matriz

Es el tipo de sustancia compuesta (líquida, sólida, gaseosa) que puede o no contener al analito de interés, ejemplo: matriz de alimento, matriz ambiental, etc.

### 2.13.2. Método

Método es un modo, manera o forma de realizar algo de forma sistemática, organizada y/o estructurada. Hace referencia a una técnica o conjunto de tareas para desarrollar una tarea.

En algún caso se entiende también como la forma habitual de realizar algo por una persona basada en la experiencia, costumbre y preferencias personales.

### 2.13.3. Metodología

Como metodología se denomina la serie de métodos y técnicas de rigor científico que se aplican sistemáticamente durante un proceso de investigación para alcanzar un resultado teóricamente válido. En este sentido, la metodología funciona como el soporte conceptual que rige la manera en que aplicamos los procedimientos en una investigación.

### 2.13.4. Procedimientos

Consiste en **seguir ciertos pasos predefinidos** para desarrollar una labor de manera eficaz. Su objetivo debería ser único y de fácil identificación, aunque es posible que existan diversos procedimientos que persigan el mismo fin, cada uno con estructuras y etapas diferentes.

### 2.13.5. Calidad

La calidad se refiere a la capacidad que posee un objeto para satisfacer necesidades implícitas o explícitas según un parámetro, un cumplimiento de requisitos de calidad

Calidad es un concepto subjetivo. La calidad está relacionada con las percepciones de cada individuo para comparar una cosa con cualquier otra de su misma especie, y

diversos factores como la cultura, el producto o servicio, las necesidades y las expectativas influyen directamente en esta definición.

#### **2.13.6. Fidedigno**

Que es digno de ser creído o que merece crédito.

#### **2.13.7. Cuantitativo**

Cuantitativo o cuantitativa es un adjetivo que refiere a la naturaleza numérica de datos, métodos, investigaciones y / o resultados.

#### **2.13.8. Cualitativo**

El término cualitativo es un adjetivo que proviene del latín *qualitativus*. Lo cualitativo es aquello que está relacionado con la cualidad o con la calidad de algo, es decir, con el modo de ser o con las propiedades de un objeto, un individuo, una entidad, o un estado. El análisis cualitativo es aquel que revela cuáles son las características o el valor de algo.

#### **2.13.9. Prueba experimental**

Se califica de experimental a una situación, objeto o fenómeno siempre que se lo entienda como el resultado de una prueba que busca variar los parámetros normales para tal elemento o experiencia y que todavía no ha sido establecido oficialmente como nuevo elemento. Un experimento siempre supone la práctica de prueba y contraprueba con el fin de obtener nuevas soluciones, posibilidades y elementos que puedan aplicarse a determinadas situaciones. De tal modo, experimental será todo aquello que se cree a modo de búsqueda.

#### **2.13.10. Estándares de calidad**

Los estándares no son más que los niveles mínimo y máximo deseados, o aceptables de calidad que debe tener el resultado de una acción, una actividad, un programa, o un servicio. En otras palabras, el estándar es la norma técnica que se utilizará como parámetro de evaluación de la calidad.

### 2.13.11. Norma técnica

Una norma técnica es un documento aprobado por un organismo reconocido que establece especificaciones técnicas basadas en los resultados de la experiencia y del desarrollo tecnológico, que hay que cumplir en determinados productos, procesos o servicios

Las normas resultan fundamentales para programar los procesos de producción.

Se crean con el consenso de todas las partes interesadas e involucradas en una actividad (fabricantes, administración, consumidores, laboratorios, centros de investigación). Deben aprobarse por un Organismo de Normalización reconocido. Se identifican por siglas según el Organismo que lo apruebe:

- ✓ **ISO:** International Organization for Standardization
- ✓ **EN:** Norma europea aprobada por algún Organismo de Normalización europeo: CEN, CENELEC, ETSI
- ✓ **UNE:** Una norma española de AENOR

### 2.13.12. Ficha técnica

Una ficha técnica es un documento en forma de sumario que contiene la descripción de las características de un objeto, material, proceso o programa de manera detallada.

### 2.13.13. Acreditación

Los productos de las empresas son certificados por organismos de certificación. ¿Pero se puede confiar en los organismos de certificación? ¿Cuáles serían las garantías que podrían presentarnos estos organismos para asegurarnos la calidad de su certificación? ¿Cómo volverse organismo de certificación? ¿Cuál es su legitimidad? Si los productos certificados por tercera parte nos dan confianza porque superaron la prueba de su conformidad a un pliego de condiciones, es también algún tipo de certificación del propio organismo de certificación, el que podrá darnos confianza. La "certificación" del organismo de certificación se llama "acreditación".

La acreditación es relevante para los organismos de certificación porque:

- Declara que los organismos acreditados son competentes e imparciales;
- Les permite, a nivel internacional, conseguir la aceptación de sus prestaciones y el reconocimiento de sus competencias.
- Unifica y simplifica los numerosos trámites de reconocimiento de los operadores;
- Evita a las empresas exportadoras los reiterados controles que deben pasar para tener acceso a los mercados internacionales;
- Establece y promueve la confianza a nivel nacional e internacional al comprobar la competencia de los operadores en cuestión.

#### **2.13.14. Laboratorio acreditado**

Organizaciones de alto nivel técnico y científico dotadas de medios técnicos avanzados y con personal altamente calificado. Ofrecen la máxima garantía de competencia técnica, lo cual nos ofrece la calidad en su servicio, ya que han demostrado disponer de la necesaria solvencia técnica.

##### **Ventajas de contar con un laboratorio acreditado:**

- ✓ **Reconocimiento internacional de los resultados;** a través de un sistema de acuerdos internacionales, los resultados emitidos por un laboratorio bajo la acreditación de ENAC tienen reconocimiento en más de 70 países de todo el mundo.
- ✓ **Minimiza riesgos;** Tomar decisiones sobre la base de ensayos realizados por laboratorios acreditados le ayudará a reducir los niveles de riesgo de producir o proveer un producto defectuoso o ante daños a terceros. Además, permite demostrar la “diligencia debida” en el caso de acción legal al ser la acreditación la herramienta universalmente aceptada como más fiable a la hora de demostrar la competencia de un laboratorio.
- ✓ **Evaluación continua del laboratorio**

#### **2.13.15. Analito**

Elemento o compuesto químico o ion de interés analítico de una muestra, cuyo contenido cualitativo y cuantitativo se desea valorar. En metrología química constituye un mensurando.

**Sinónimos:** componente, integrante

**Relacionados:** análisis cualitativo, análisis cuantitativo

### **2.13.16. Parámetros**

En cuanto a la definición de esta palabra es aquel elemento que es necesario para que se comprenda un problema o una cuestión. Otra de sus definiciones es la referencia, tendencia o punto de comparación sobre los que se basa alguna información.

Así mismo, un parámetro es algo que se puede elegir más o menos libremente, y que una vez elegido determina el resultado de lo que sea que estemos estudiando.

### **2.13.17. Variable**

Variable es una palabra que representa a aquello que varía o que está sujeto a algún tipo de cambio. Se trata de algo que se caracteriza por ser inestable, inconstante y mudable. En otras palabras, una variable es un símbolo que permite identificar a un elemento no especificado dentro de un determinado grupo.

## CAPÍTULO 3. DESARROLLO

### 3.1. La empresa

Molitalia, es una empresa con más de 50 años en el Perú, parte de un sólido grupo empresarial orientado a la fabricación y comercialización de alimentos de consumo masivo, presente en gran parte de Latinoamérica y con un crecimiento sostenido a través de los años.

En el Perú, contamos con marcas como **MOLITALIA, COSTA, AMBROSOLI, FANNY, 3 OSITOS**, entre otras, que compiten con gran éxito en las categorías de golosinas y alimentos. En el año 2013 Molitalia incluyó en su cartera de productos la marca



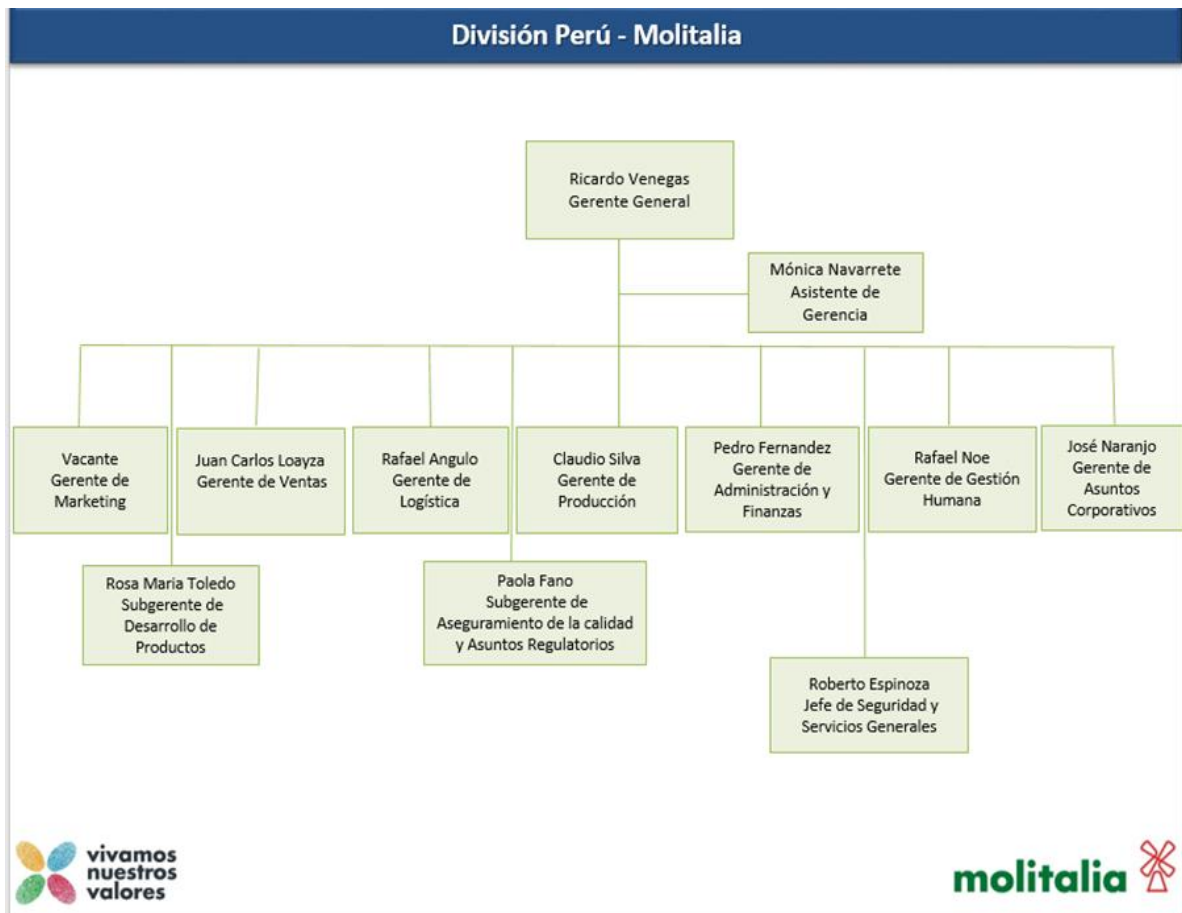
**MIMASKOT**, lo cual le permite ampliar su portafolio de operaciones en Perú.

Principalmente uno de sus objetivos y compromiso es llevar productos con excelentes estándares de calidad a sus clientes que aseguren su consumo libre de contaminantes.

### 3.2. Organización

La empresa cuenta con distintos cargos, lo cual se detalla en la figura.

Figura n.º 3-1. Organigrama



Fuente: Empresa Molitalia

### 3.3. Instalación y medios operativos

#### 3.3.1. Distribución de planta donde se llevó a cabo la mejora

Como se mencionó la empresa Molitalia S.A cuenta con distintas categorías, lo cual para el trabajo de tesis nos vamos a centrar en la categoría de golosinas (Costa, Ambrosoli, Fanny).

El área del terreno de dicha planta es de 15,000.000 m<sup>2</sup>. En su interior cuenta con distintas plantas que es planta Ambrosoli, Costo, Fanny, Cereales, dos almacenes de insumos y material de empaque, almacén de productos terminados, taller de proyectos, mantenimiento, laboratorios y oficinas administrativas.

### 3.3.2. Tipo de producción

El tipo de producción actual de la empresa es por lotes (batch), debido a los diferentes procesos que se realizan. Entre las características para este tipo de proceso se encuentran:

- El trabajo se inicia por una orden de fabricación.
- La demanda es fluctuante.
- El volumen de producción por producto es alto
- La variedad de productos es alto

### 3.3.3. Maquinarias y equipo

La empresa cuenta con máquinas diseñados, contruidos, instalados y mantenidos de manera que se evite la contaminación del alimento, facilite la limpieza y desinfección de sus superficies y permitan desempeñar adecuadamente el uso previsto.

### 3.3.4. Materia prima e material de empaques

Se cuenta con muchas materias primas principales como el azúcar, glucosa, harina, huevo, etc. y material de empaque sanitario. El cual cumple con todos los requisitos solicitados NTP y Codex Alimentarius.

## 3.4. El productos

Los productos que cuentan las plantas de la categoría golosinas son:

- Amborsoli: (Caramelo duros y rellenos, chupetes duros y rellenos, toffes, gomas, marshmallows)
- Costa: (Galletas, bizcochos, wafer, barra de chocolates)
- Cereales :( Cereal Bar, Cornflakes, mega trigos)
- Fanny: (Mermeladas en distintas presentaciones)



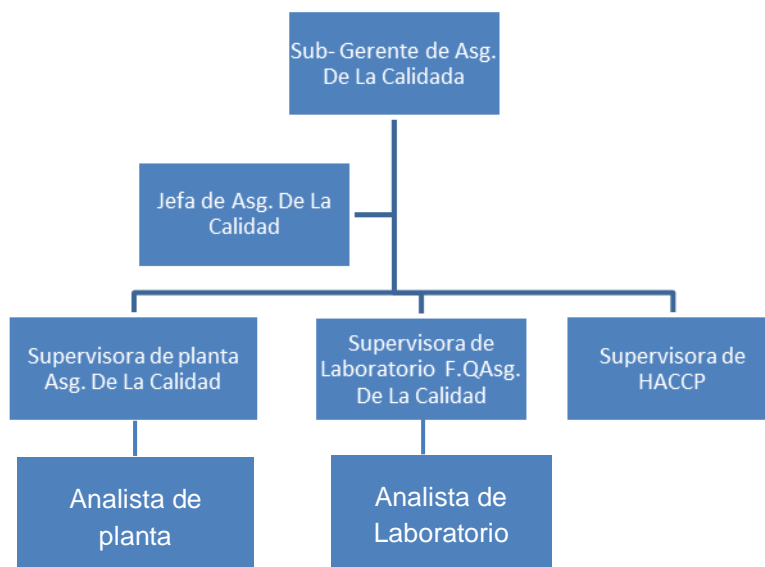
Los productos elaborados en las distintas plantas garantizan inocuidad (libre de contaminantes que puede causar daño al consumidor). Ya que cumplen con las normas de higiene en cuanto a actitudes, hábitos y compartimientos de su personal.

- Pomarola (Pasta y salsa de tomate)

### 3.5. Aseguramiento de la Calidad

La empresa cuenta con un departamento de Aseguramiento de la Calidad (QA), el cual se encarga de realizar inspecciones o pruebas de muestreo en los almacenes de materia prima y material y proceso, para verificar que las características de los insumos, empaques producto y/o proceso se encuentren dentro de los parámetros de las especificaciones técnicas de la empresa. Asimismo, utiliza la metodología del control estadístico por procesos para determinar las desviaciones del proceso a través de las cartas de control. El departamento de QA está constituido de la siguiente manera.

Figura n.º 3-2. Organigrama de Aseguramiento de la Calidad



Fuentes: Elaboración propia

La aplicación de los principios de la gestión de Aseguramiento de la Calidad no sólo proporciona beneficios directos sino que también hace una importante contribución a la gestión de costos y riesgos. Estos principios son: enfoque al cliente, liderazgo, involucramiento del personal, enfoque basado en procesos, enfoque de sistemas para la gestión, mejora continua, enfoque basada en hechos para la toma de decisiones y relaciones mutuamente beneficiosas con el proveedor. Las consideraciones de beneficios, costos y gestión de riesgos, son importantes para la organización, sus clientes y otras partes interesadas.

### 3.6. Laboratorio físico químico

En este capítulo se definirá las mejoras que se realizó en el departamento de Aseguramiento De la Calidad, del **área del laboratorio físico químico**, el cual es la implementación de la validación y verificación de las metodologías de ensayo que aplica el laboratorio para la verificación del cumplimiento de los parámetros establecidos en las especificaciones técnicas de los productos en proceso, producto terminado y materia primas, para garantizar la calidad de cada uno de ello.

#### 3.6.1. Descripción del laboratorio físico químico

La empresa Molitalia cuenta con dos laboratorios (Laboratorio confites y laboratorio central), el cual se encarga de realizar los servicios de los análisis físicos químicos de los productos en proceso, producto terminado y materia prima siendo sus clientes la planta (Costa, Ambrosoli y Fanny), así mismo el almacén de materia prima.

La finalidad del laboratorio es proporcionar información sobre el cumplimiento de los parámetros establecidos para cada producto solicitado por la ficha técnica de Molitalia.

Para juzgar el cumplimiento de esa información hay que tener en cuenta si se facilita oportunamente, si se produce con un costo aceptable y sobre todo si la información es confiable.

La garantía de la calidad es el sistema que proporciona confianza en que:

- Se ha alcanzado los parámetros
- Se detectarán los casos en que no se alcance parámetros
- Podrán identificarse y corregirse las causas por las que no se ha alcanzado los parámetros corregidas.

El principal objetivo del laboratorio es producir resultados fiables, por lo que ésta es la actividad que debe recibir mayor atención. No es probable que un laboratorio cuyos resultados no sean suficientemente fiables sea aceptado en ningún mecanismo gubernamental. La garantía de calidad de estos resultados no es una carga adicional ni una actividad suplementaria que pueda tomarse o dejarse, sino que constituye uno de los instrumentos fundamentales de administración para el director y su personal, con miras a alcanzar los objetivos fijados. El objetivo general del laboratorio puede definirse como sigue: producir datos analíticos precisos y fiables en un plazo y con un costo aceptable.

*Figura n.º 3-3. Laboratorio físico- químico Molitalia S.A*



Fuente: Empresa Molitalia.

### 3.6.2. Descripción e identificación de la problemática

Es claro que en la elaboración de cualquier tipo de producto se debe utilizar una serie de procedimientos o métodos que garanticen su calidad y que aseguren que poseen la formulación adecuada. Los métodos más utilizados en cualquier tipo de industria son de tipo analítico (que son utilizados para dar a conocer resultados cualitativos, es decir, cualidades) y métodos cuantitativos (que dan a conocer cantidades), así como los métodos químicos (que dan a conocer fórmulas) y físico/químicos (que dan a conocer propiedades).

Para esto el laboratorio utiliza diversos métodos cualitativos y cuantitativos que arrojan datos considerados como fidedignos, los cuales se presentan en metodologías, procedimientos analíticos, pero que no tienen la documentación que compruebe la validez de la exactitud y precisión de los métodos que se están utilizando, así mismo del personal, lo cual le ha conllevado en tener diversos problemas.

Los problemas se muestran a continuación:

#### a. Demora en el reporte de resultados de análisis

Son aquellos resultados no entregados a tiempo generando retrasos a producción en toma de una decisión si se aprueba o no el lote evaluado. Esto se debe por ejemplo que:

El método de extracción de grasa de coberturas y pastas; se reportaba los análisis en un tiempo de **3 horas**, ya que se cuenta con el método tradicional (extracción de soxhlet). Pudiendo ser mejorado con otros métodos más apropiados.

#### b. Excesivo número de ensayos

Repetición de análisis de **3 veces**, ya que los resultados de una muestra eran diferentes, siendo del mismo analista y el mismo equipo.

Se da estos problemas por los excesos repeticiones de análisis que se realiza cuando se tiene una duda en los resultados de ensayo.

Los problemas detallados fueron reducidos cuando se implementó la validación y verificación de las metodologías analíticas aplicadas en el laboratorio, ya que mediante a esta implantación el laboratorio demuestra que sus métodos proporcionan resultados fiables, exactos y reproducibles, así mismo nos ayudó a innovar nuevas metodologías, el cual nos generó a reducir el tiempo de reportar los análisis.

### 3.7. Actividades realizadas

Para dar inicio a la implementación de las validaciones y verificaciones de las metodologías de ensayo se siguió los siguientes criterios.

#### 3.7.1. Criterio N°1: Definir el objetivo

El objetivo de validar y/o validar una metodología de ensayo es producir datos analíticos precisos y fiables en un plazo y con un costo aceptable.

#### 3.7.2. Criterio N°2: Definir procedimientos operacionales

QUÉ	RESPONSABLE DE REALIZACIÓN	CÓMO
Validación y verificación de las metodologías de ensayo aplicadas en el laboratorio central.	Celina Bazán López	Aplicando criterios para la validación y/o verificación de metodologías con el apoyo de las herramientas estadísticas para concluir su aceptación

#### 3.7.3. Criterio N°3: Definir las metodologías a validar y/o verificar

Se clasificó todas las metodologías a validar y/o verificar que cuenta el laboratorio, como Normalizado o no Normalizado conforme a lo siguiente.

**a. Método Normalizado**, es aquel método publicado como primera instancia en:

- Métodos Oficiales del AOAC
- International Standard Organization (ISO)
- Norma Peruana
- Codex Alimentarius

**b. Método no Normalizado**, es aquel método

- Desarrollado por el laboratorio (método propio).
- Método obtenido de publicaciones científicas (Journals, tesis, etc.)
- Método normalizado modificado, ampliado o usado fuera de su alcance.

Figura n.º 3-4. Listado de métodos normalizados y no normalizado de la empresa Molitalia S.A

MÉTODOS	MÉTODO NO NORMALIZADO	MÉTODO NO NORMALIZADO	
		MÉTODO PROPIO	MÉTODO MODIFICADO
Método para la determinación de humedad método de la estufa	SI		
Método para determinación de acidez en bizcochos y galletas	SI		
Método para determinación de acidez en salsas y pasta de tomate	SI		
Método para determinación de acidez de leche en polvo y sueros en polvo			
Método para determinación de acidez en glucosa	SI		
Método para determinación de acidez en pures y Mermeladas	SI		
Método para determinación de acidez en manjar	SI		
Método para determinación acidez en mantecas y aceites	SI		
Método para determinación de peróxidos en bizcochos y galletas	SI		
Método para determinación de peróxidos en mantecas y aceites	SI		
Método para determinación azúcares reductores		SI	
Método para la determinación del punto de fusión		SI	
Método para determinación °Brix e índice de refracción		SI	
Método para la extracción de grasas y aceites SOXTEC	SI		
Método para determinación de pH		SI	
Método para determinación de granulometría		SI	
Método para determinación de micraje para coberturas y pastas de leche		SI	
Método determinación de % de grasa por SOXTEC			SI
Método para la determinación de humedad por termobalanza			SI
Método para determinación de extracción de grasa según bligh dyer paracoberturas y pasta de leche			SI
Método para determinación de acidez bizcochos y galletas extracción soxtec			SI
Método para determinación de acidez de leche en polvo y sueros en polvo extracción soxtec			SI
Método para determinación de peróxidos en bizcochos y galletas extracción soxtec			SI

Fuente: Elaboración propia.

En este criterio también se clasifica las metodologías, el cual se le dará prioridad en la validación y/o verificar, según:

1. La más solicitada. (Se evalúa de los indicadores de solicitudes de análisis de las distintas plantas que nos realizan).

Figura n.º 3-5. Indicador de solicitud de análisis



Fuente: Elaboración propia

Con este indicador podemos identificar los métodos más aplicados, lo cual se les dará prioridad para la validación y/o verificación.

2. Los métodos que nos conllevan a realizar los ensayos en largo tiempo. Se les dará prioridad a ellos para modificar los tiempos del proceso, con la finalidad de optimizar. Por ejemplo.

SE MODIFICÓ LA METODOLOGÍA PARA OPTIMIZAR TIEMPO	
MÉTODOS NORMALIZADO	TIEMPO MÉTODO
Método para la determinación de humedad método de la estufa	<b>03:18:00</b>
Método para determinación de extracción de grasa según Soxtec	<b>04:52:38</b>

Se identificó las metodologías, el cual demandaba mayor tiempo en su proceso, con la finalidad de buscar proceso, que nos permita optimizar.

#### 3.7.4. Criterio N°4: Definir parámetros a emplear

Se identificó los parámetros que serán empleados en la validación y/ verificación de las metodologías de ensayo.

Tabla n.º 3-1. Criterios de aceptación

PARAMETROS A EVALUAR	CRITERIO DE ACEPTACIÓN
DETECCIÓN DE VALOR ATÍPICO	* $ z  \leq 2$ .....SATISFACTORIO * $2 <  z  < 3$ .....CUESTIONABLE * $ z  \geq 3$ .....NO SATISFACTORIO (ATÍPICO)
VERACIDAD	* $T_{calc} < t_{crit}$ ..... NO HAY DIFERENCIAS SIGNIFICATIVAS. Los resultados son VERAZ
PRECISION	* $RSD_{exp} < RSD_{Horwitz}$ .....EL MÉTODO ES PRECISO
REPETIBILIDAD	* $CVr\% < (CVh\%/2)$ .....ES ACEPTABLE. HAY REPETIBILIDAD

Fuente: Elaboración propia.

Se utilizan estos parámetros, para demostrar que los resultados de la metodología a validar son aceptables, aplicando su criterio de aceptación que declara cada parámetro.



### 3.7.5. Criterio N°5 y 6: Verificar compatibilidad de equipos y caracterización de materiales

Se idéntico los equipos, materiales y reactivos a utilizar en la metodología a validar.

<b>EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS:</b>			
Para la validación del método que se desea usar en el laboratorio, deberemos de contar con los siguientes materiales/equipos/reactivos:			
<b>Materiales</b>	<b>Total Requerido</b>	<b>Tenemos</b>	<b>Faltantes</b>
Microbureta de 10ml (0.01ml de precisión)	1	1	0
Matraces	5	5	0
Vasos de precipitado	5	5	0
<b>Equipos</b>			
Cocinilla eléctrica	1	1	0
pH-metro	1	1	0
<b>Reactivos</b>			
Hidróxido de Sodio 0.1 N	-	-	-
Fenolftaleína al 1%	-	-	-

Así mismo se verificó que los equipos estén calibrados y en óptimas condiciones

**EQUIPO CALIBRADO**

→ Certificado de calibración




**REACTIVO CERTIFICADO**

→ Certificado de calibración




**MATERIALES EN BUENAS CONDICIONES**



### 3.7.6. Criterio N°7: Ejecución de ensayo preliminar

Se ejecutó los ensayos preliminares. El método validado que se utiliza como ejemplo se, aplicó la referencia normada.

1. NTP 203.070: 2012 PRODUCTOS ELABORADOS A PARTIR DE FRUTAS Y OTROS VEGETALES. Determinación de la acidez. (Norma bajo la cual se procederá la validación).





<b>Análisis realizado en el LABORATORIO CENTRAL - Planta Los Olivos</b>					
<b>Método: NTP 203.070: 1977 (Revisada en el 2012). PRODUCTOS ELABORADOS A PARTIR DE FRUTAS Y OTROS VEGETALES.</b>					
	Gasto (mL)	Masa de muestra (g)	Dilución del agua (mL)	Normalidad del NaOH	% de acidez en base a Ac. Acético
<b>Titulación</b>	3.34	15.07	200	0.1	0.53
	3.34	15.07	200	0.1	0.53
	3.20	15.07	200	0.1	0.51
	3.30	15.07	200	0.1	0.53
	3.30	15.07	200	0.1	0.53
	3.34	15.07	200	0.1	0.53
	3.33	15.07	200	0.1	0.53
	3.30	15.07	200	0.1	0.53
	3.33	15.07	200	0.1	0.53
	3.33	15.07	200	0.1	0.53
	3.33	15.07	200	0.1	0.53
	3.33	15.07	200	0.1	0.53
	3.32	15.07	200	0.1	0.53
	3.30	15.07	200	0.1	0.53
	3.34	15.07	200	0.1	0.53
3.32	15.07	200	0.1	0.53	
3.30	15.07	200	0.1	0.53	
<b>Media</b>	-	-	-	-	<b>0.53</b>
<b>Desviación estandar</b>	-	-	-	-	<b>0.01</b>

En este criterio se evalúa el parámetro de DETECCIÓN **VALOR ATÍPICO** con la finalidad de determinar si dentro resultados de los ensayos realizados se encuentran un resultado diferente (valor extremo), el cual sería cuestionable, si se procede a trabajar con la data o se

procede a realizar otros ensayos. La estadística nos dice que del 100% de los datos se debe tolerar el 5% de datos cuestionables (atípicos). Si excede se debe realizar otros ensayos

✓ **EVALUANDO LA DETECCIÓN VALOR ATÍPICO DE LA DATA.**

$$\text{Zscore } Z = (x - \text{media})/s$$

$|Z| \leq 2 \rightarrow$  satisfactorio  
 $2 < |Z| < 3 \rightarrow$  cuestionable  
 $|Z| \geq 3 \rightarrow$  no satisfactorio (atípico)

% de acidez en base a Ac. Acético	z score $ Z $	$ Z $	calificación
0.53	0.763	0.763	SATISFACTORIO
0.53	0.763	0.763	SATISFACTORIO
0.51	-3.304	3.304	SATISFACTORIO
0.53	-0.399	0.399	SATISFACTORIO
0.53	-0.399	0.399	SATISFACTORIO
0.53	0.763	0.763	SATISFACTORIO
0.53	0.472	0.472	SATISFACTORIO
0.53	-0.399	0.399	SATISFACTORIO
0.53	0.472	0.472	SATISFACTORIO
0.53	0.472	0.472	SATISFACTORIO
0.53	0.472	0.472	SATISFACTORIO
0.53	0.182	0.182	SATISFACTORIO
0.53	-0.399	0.399	SATISFACTORIO
0.53	0.763	0.763	SATISFACTORIO
0.53	0.182	0.182	SATISFACTORIO
0.53	-0.399	0.399	SATISFACTORIO
<b>Media</b>	<b>0.53</b>		
<b>Desviación estandar</b>	<b>0.01</b>		

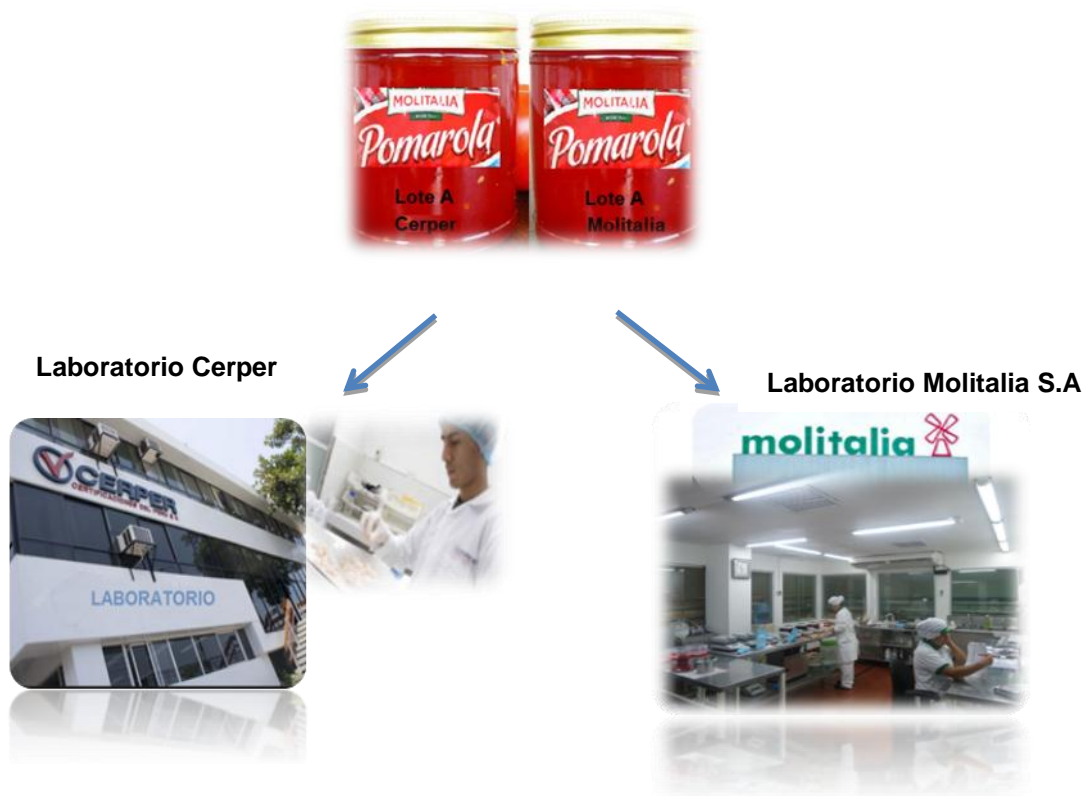
**Conclusión:** Mediante la evaluación del parámetro detección valor atípico se pudo determinar Que NO EXISTE VALORES ATÍPICOS en la distribución de los resultados de ensayo, lo cual los resultados del ensayo se encuentran conforme para proceder con la verificación.

### 3.7.7. Criterio N° 7: Envío de muestras al laboratorio externo

En este criterio se coordina con un laboratorio externo para que se realice el análisis de nuestra muestra que se encuentra en proceso de validación, con la finalidad de tener un dato de referencia confiable, para determinar si los resultados de nuestra metodología a validar se encuentran conforme y así definir que nuestro método se encuentra apto para su uso.

Para el envío de la muestra se tuvo las siguientes consideraciones.

- Se tomó 1 kg de muestra, la cuales se homogenizó y se separó ½ kg para el uso de las pruebas de ensayo en el laboratorio de Molitalia y ½ kg para el envío al laboratorio externo. Es importante que ambos laboratorios empleen las mismas muestras para evitar un factor de error o duda en los resultados al momento de realizar la comparación, así mismo que las muestras se encuentren en un envase de primer uso en buenas condiciones y sellado herméticamente para evitar contaminación o deterioro.

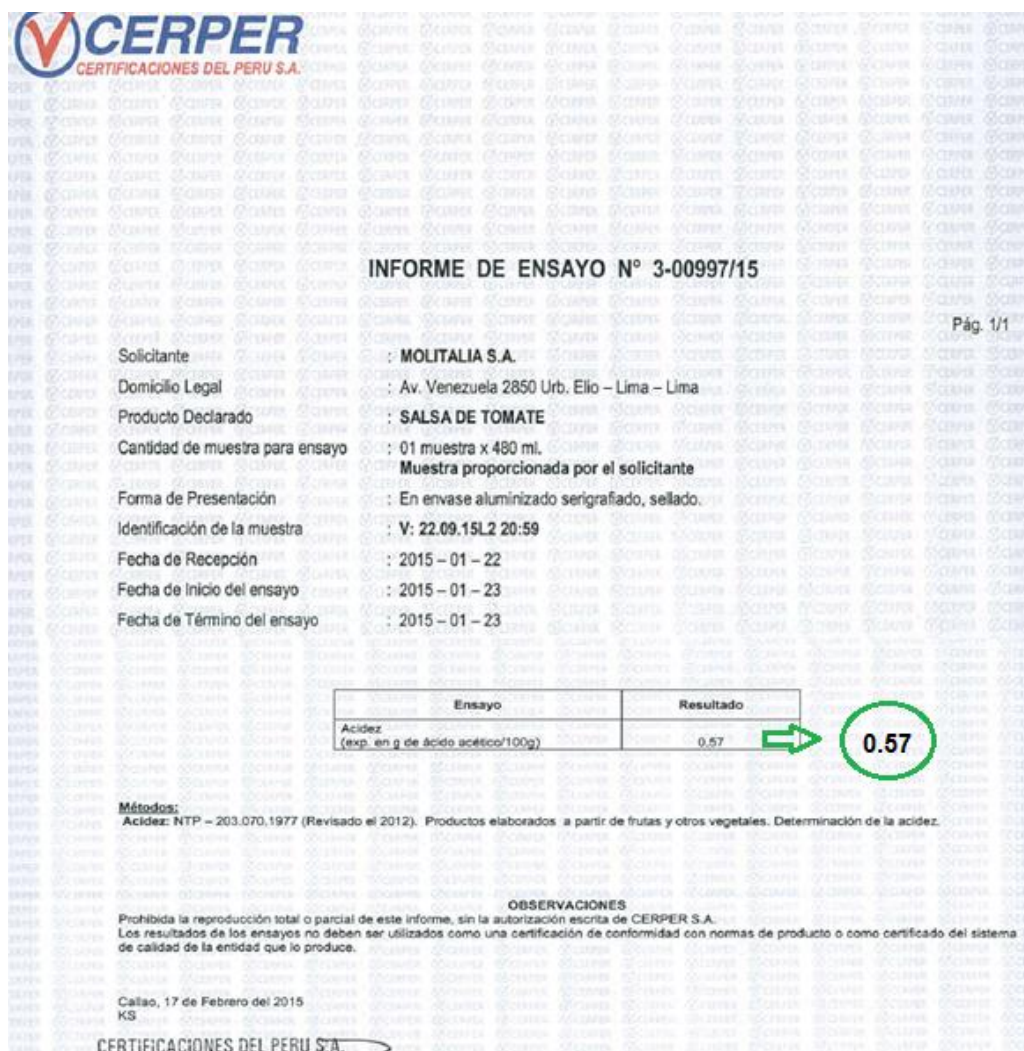


### 3.7.8. Criterio N°8: Determinación de parámetros

#### a. VERACIDAD

Se evaluará si los resultados de los ensayos que se realizó en el laboratorio central de Molitalia son veraces, lo cual será comparado con un dato de referencia, dato emitido pe el laboratorio acreditado CERPER.

Tabla n.° 3-2. Informe de ensayo de laboratorio externo acreditado CERPER



**CERPER**  
CERTIFICACIONES DEL PERU S.A.

**INFORME DE ENSAYO N° 3-00997/15**

Pág. 1/1

Solicitante : **MOLITALIA S.A.**  
 Domicilio Legal : **Av. Venezuela 2850 Urb. Elio – Lima – Lima**  
 Producto Declarado : **SALSA DE TOMATE**  
 Cantidad de muestra para ensayo : **01 muestra x 480 ml.**  
**Muestra proporcionada por el solicitante**  
 Forma de Presentación : **En envase aluminizado serigrafiado, sellado.**  
 Identificación de la muestra : **V: 22.09.15L2 20:59**  
 Fecha de Recepción : **2015 – 01 – 22**  
 Fecha de Inicio del ensayo : **2015 – 01 – 23**  
 Fecha de Término del ensayo : **2015 – 01 – 23**

Ensayo	Resultado
Acidez (exp. en g de ácido acético/100g)	0.57

**Métodos:**  
Acidez: NTP – 203.070.1977 (Revisado el 2012). Productos elaborados a partir de frutas y otros vegetales. Determinación de la acidez.

**OBSERVACIONES**  
Prohibida la reproducción total o parcial de este informe, sin la autorización escrita de CERPER S.A.  
Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce.

Callao, 17 de Febrero del 2015  
KS

CERTIFICACIONES DEL PERU S.A.

Fuente: Empresa Molitalia.

Para determinar si los resultados son veraces, se aplicó la herramienta estadística que nos brinda el parámetro de veracidad.

**veracidad indica el método.**

$$S = \bar{X} - X_a$$

**Dónde:**

- ✓ **S** = Sesgo
- ✓ **X** = Lectura obtenida o valor promedio de las lecturas obtenidas.
- ✓ **Xa** = Valor asignado, valor certificado del material de referencia o valor esperado.

Para evaluar el sesgo, se debe realizar la **prueba t**, en la cual el **tcal < t crit**:

$$T_{Cal} = \frac{\bar{x} - \mu}{s / \sqrt{n}}$$

**Dónde:**

- ✓ **t calc** = t observado o calculado
- ✓ **X** = Promedio de valores leídos u observados en concentración
- ✓ **S** = Desviación estándar
- ✓ **n** = Número de lecturas o valores observados.
- ✓  $\mu$  = Valor a analizar

**1. DETERMINADO SI EL MÉTODO ES VERAZ COMPARANDO CON EL LAB. CERPER**

**Prueba T-student**

Prueba y estimación de las medias de 2 poblaciones

**Objetivo:** Determinar si existe diferencia significativa entre el método aplicado en el Laboratorio Central y un laboratorio externo (CERPER), usando EL MISMO MÉTODO DE ENSAYO

Las muestras independientes provienen de poblaciones normales

Procedimientos realizados en los siguientes Laboratorios:

Para usar esta estadística para la prueba y estimación, debemos conocer la distribución muestral t. Esta distribución se conoce como la distribución t con (n-1) grados de libertad.

<b>LABORATORIO CENTRAL</b>
<b>CERPER</b>

Sean las variables:

n	# de observaciones
X	Promedio
s	Desviación estándar
α	Nivel de confiabilidad
g/(α,n-1)	Grados de libertad

Sea  $T_{cal}$  la fórmula para hallar el valor estadístico de t-student:

$$T_{Cal} = \frac{\bar{x} - \mu}{s / \sqrt{n}}$$

**1. Hipotesis, nivel de significación**

$$\left. \begin{matrix} H_0 : \mu = x_0 \\ H_1 : \mu \neq x_0 \end{matrix} \right\} \alpha = 0.05$$

Por ello calculamos primero:

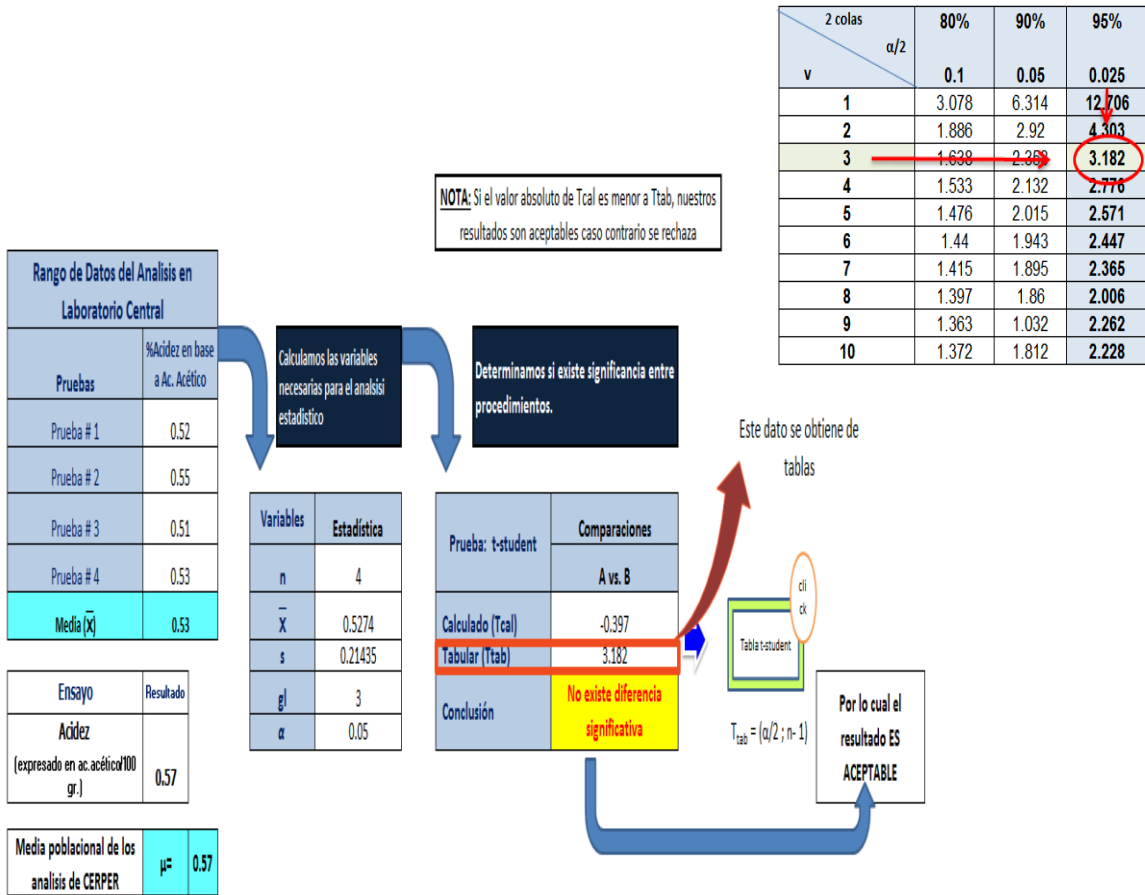
$$s = \sqrt{\frac{S_i}{n - 1}}$$

Ademas:

$$S_i = \sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n}$$

De los análisis previos extraemos los resultados calculados de % de acidez.

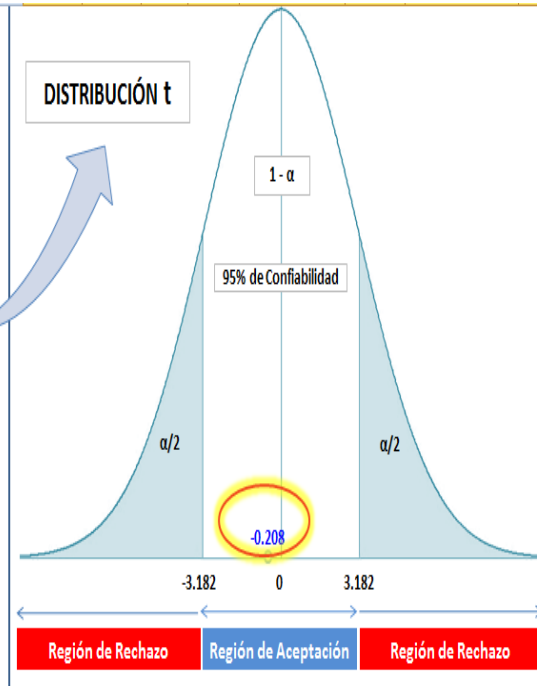




2. Resumen de la Estadística aplicada	
$\sum x_i$	2.1097
$\sum x_i^2$	1.1133
$\bar{x}$	0.5274
$S_i$	0.000562
$s$	0.21435
$T_{cal}$	-0.397

3. Prueba de aceptabilidad	
$T_{tabular} (3; 0.25)$ DE TABLAS	3.182
$T_{calculado}$ DE LA OPERACIÓN	-0.397
<b>NOTA:</b> Si el valor absoluto de $T_{cal}$ es menor a $T_{tab}$ , nuestros resultados son aceptables caso contrario se rechaza	
Comparación de resultados	$ T_{cal}  = 0.397 < 3.182$
Resultado	Se acepta la hipótesis nula $H_0$ , como consecuencia se rechaza la hipótesis alterna $H_1$
Interpretación	Las medias poblacionales son similares

Por lo tanto se acepta como válida, la norma para efectuar los análisis de ACIDEZ EN SALSA DE TOMATES, reportando resultados con la suficiente cercanía dentro de los rangos con los que estamos trabajando.



La Región Crítica comprende desde el  $-\infty$  hasta el  $-3.182$  y de  $3.182$  hasta el  $+\infty$ , esto es porque la gráfica de t-student que estamos usando comprende de 2 colas, tanto inferior como superior, al ser una prueba de contraste entre dos medias poblacionales

**Si  $T_{cal}$  se encuentra dentro de la REGIÓN CRÍTICA (Zona sombreada), este valor SE RECHAZA, caso contrario SE ACEPTA**

**Conclusión:**  
El método basado en la *NTP 203.070: 1977 (Revisada en el 2012). PRODUCTOS ELABORADOS A PARTIR DE FRUTAS Y OTROS VEGETALES. Determinación de la acidez*, aplicado en el Laboratorio Molitalia y en el Laboratorio externo CERPER arrojan valores comparables entre sí, además se demostró que no existe diferencia significativa entre los datos reportados, teniendo en cuenta que el nivel de confiabilidad es de un 95%; por lo tanto esto sugiere que tanto la metodología como su análisis están siendo correctamente aplicados.

**Nota:** Es razonable admitir que el método utilizado para obtener nuestros datos, provienen de una muestra con  $\mu=0.57$  (CERPER) y con un 95% de confiabilidad, es decir **SE ACEPTA** que el método registrado por CERPER se encuentra dentro de nuestra zona de Aceptación por lo tanto es comparable a nuestro resultados. **USANDO EL MISMO MÉTODO DE ENSAYO AMBOS LABORATORIOS, TANTO EL EXTERNO CERPER OBTIENEN LOS MISMO RESULTADOS Y SON REPLICABLES.**

## b. PRECISIÓN

Una vez comprobado que nuestro método es veraz, comparado con un laboratorio externo, se procede a evaluar si es preciso. Para determinar si nuestro método es preciso, se aplica la herramienta estadística que nos brinda el parámetro de precisión. Lo cual se utilizara la ecuación de Horwitz.

**Ecuación Horwitz**

$$\text{RSD Horwitz} = 2 \wedge (1-0.5 \cdot \log C)$$

Para determinar la ecuación se necesita el RSD experimental.

$$\text{RSD exp} = S/\text{media} \cdot 100$$

## 2. DETERMINADO SI EL MÉTODO ES PRECISO.

Análisis realizado en el LABORATORIO CENTRAL - Planta Los Olivos <span style="float: right; font-size: small;">molitalia </span>					
<b>Método: NTP 203.070: 1977 (Revisada en el 2012). PRODUCTOS ELABORADOS A PARTIR DE FRUTAS Y OTROS VEGETALES.</b>					
	Gasto (mL)	Masa de muestra (g)	Dilución del agua (mL)	Normalidad del NaOH	% de acidez en base a Ac. Acético
<b>Titulación</b>	3.34	15.07	200	0.1	0.53
	3.34	15.07	200	0.1	0.53
	3.20	15.07	200	0.1	0.51
	3.30	15.07	200	0.1	0.53
	3.30	15.07	200	0.1	0.53
	3.34	15.07	200	0.1	0.53
	3.33	15.07	200	0.1	0.53
	3.30	15.07	200	0.1	0.53
	3.33	15.07	200	0.1	0.53
	3.33	15.07	200	0.1	0.53
	3.33	15.07	200	0.1	0.53
	3.32	15.07	200	0.1	0.53
	3.30	15.07	200	0.1	0.53
	3.34	15.07	200	0.1	0.53
	3.32	15.07	200	0.1	0.53
3.30	15.07	200	0.1	0.53	
<b>Media</b>	-	-	-	-	<b>0.53</b>
<b>Desviación estandar</b>	-	-	-	-	<b>0.01</b>

$$\text{RSD exp} = S/\text{media} * 100$$

Y este RSD exp se compara con el RSD Horwitz =  $2 \wedge (1-0.5^* \log C)$

**CRITERIO DE DECISIÓN:**

Si RSDexp <= RSD Horwitz, entonces los resultados son precisos, el método a validar es preciso. Caso contrario, el método no es preciso.

**CÁLCULOS**

RSD exp =	1.045
RSD Horwitz =	17.4

**CONCLUSIÓN:** EL MÉTODO ES PRECISO, YA QUE RSDexp < RSD Horwitz

**c. REPETIBILIDAD**

Una vez determinado que nuestro método de ensayo es preciso, procedemos a evaluar si es repetible, lo cual se utilizó el mismo equipo, materiales y analista.

Análisis realizado en el LABORATORIO CENTRAL - molitalia Planta Los Olivos	
	Analista I : Lucia
<b>Método:</b> NTP 203.070: 1977 (Revisada en el 2012). PRODUCTOS ELABORADOS A PARTIR DE FRUTAS Y OTROS VEGETALES.	
<b>Titulación</b>	% de acidez en base a Ac. Acético
	0.53
	0.53
	0.51
	0.53
	0.53
	0.53
	0.53
	0.53
	0.53
	0.53
	0.53
	0.53
	0.53
	0.53
Media X	0.53
desvest s	0.00551
Var s2	0.00003

Se necesita hallar el valor de T3y T4 experimental para desarrollar el Sr2	
$T_3 = \sum n_i$	$T_5 = \sum (n_i - 1)S_i^2$
T3	T5
32.00	0.00094

Hallando el Sr2	
$S_r^2 = \frac{T_5}{T_3 - P}$	Sr2 = $\frac{0.00042}{(15 - 1)}$
Sr2 =	0.00003
Hallar la Raiz cuadrada de Sr2	
sr =	0.00551

<b>Hallar RSDr</b>	
$RSD_{exp} = S/media * 100$	
<b>RSDr</b>	<b>0.00572</b>
<b>Hallar RSDr</b>	
$RSD_{Horwitz} = 2^A (1-0.5*logC)$	
<b>RSD Horwitz</b>	<b>4.40073</b>

Para definir si nuestros resultados de ensayos es **REPETIBLE** se debe aplicar el criterio de

**$RSDr \leq RSD_{Horwitz}$**

Concluimos, que nuestro método de ensayo validado hay **REPETIBILIDAD**, ya que nuestro  $RSDr < RSD_{Horwitz}$

### 3.7.9. Criterio N° 9: Informe de la validación

Una vez concluido el desarrollo de la validación se procede en realizar el informe el cual se detallará los resultados y las conclusiones.


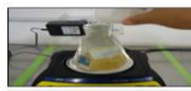


Figura n.º 3-6. Informe de validación

INFORME DE VALIDACION DE MÉTODO DE ENSAYO		
Nº Validación: <u>001</u>		
<b>IDENTIFICACIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO VALIDADO</b>		
<b>Nombre completo del método:</b> Determinación de acidez		
<b>Producto:</b> Salsas y pastas de tomate		
<b>Tipo Método:</b>	Cualitativo <input type="checkbox"/>	Cuantitativo <input checked="" type="checkbox"/>
<b>Normalizado</b>	<input checked="" type="checkbox"/>	Normalizado modificado <input type="checkbox"/> Nuevo <input type="checkbox"/>
<b>Norma aplicada</b> NTP 203.070: 1977 (Revisada en el 2012). PRODUCTOS ELABORADOS A PARTIR DE FRUTAS Y OTROS VEGETALES. Determinación de la acidez		
<b>IDENTIFICACIÓN DE MATERIALES, INSUMO O EQUIPOS EMPLEADOS</b>		
<b>Equipos involucrados:</b> * Cocinilla      * Balanza de pesaje      * pH-metro		
<b>Materiales involucrados:</b> * Microbureta de 10ml      * Matraces      * Vasos de precipitado		
<b>Reactivos involucrados:</b>		
<b>RESULTADOS DE LAS PRUEBAS EXPERIMENTALES REALIZADAS</b>		
<b>a. Veracidad</b>		
Valor obtenido (Tcal) = 0.397	Criterio de Aceptabilidad :	$t_{calc} < t_{crit}$ ... NO HAY DIFERENCIAS SIGNIFICATIVAS. Los resultados son VERAZ
Valor t crit (Tcrit) = 3.182	<b>Conclusión:</b> Los resultados obtenidos en nuestro ensayo son veraces, ya que el valor obtenido es menor que el valor crítico obtenido en la tabla de Tstudent.	
<b>b. Precisión</b>		
Valor obtenido (RSD exp) = 1.045	Criterio de Aceptabilidad :	Si $RSD_{exp} \leq RSD_{Horwitz}$ , los resultados son PRECISOS
Valor Horwit (RSDHorwit) = 17.4	<b>Conclusión:</b> Los resultados obtenidos en nuestro ensayo son PRECISOS, ya que el valor obtenido (RSD exp) es menor que el valor obtenido de Horwit.	
<b>c. Repetibilidad</b>		
Valor obtenido (RSDr) = 0.00572	Criterio de Aceptabilidad :	Si $RSDr \leq RSD_{Horwitz}$ , los resultados son REPETIBLE
Valor Horwit (RSDHorwit) = 4.400	<b>Conclusión:</b> Los resultados obtenidos en nuestro ensayo son REPETIBLES, ya que el valor obtenido (RSD exp) es menor que el valor obtenido de Horwit.	
<b>Revisado por:</b> Celina Bazán	<b>Validación:</b> Aceptada <input checked="" type="checkbox"/> Rechazada <input type="checkbox"/>	<b>Firma</b> _____

**3.7.10. Criterio N°10: Preparación de la metodología validada**

Una vez concluido la validación se procede en elaborar la metodología de trabajo, el cual debe de ir detallado todo el proceso del análisis de Determinación de acidez en pasta y salsa de tomate.

Figura n.º 3-7. Metodología validada

<b>molitalia</b> 		<b>MÉTODO PARA DETERMINACIÓN DE ACIDEZ DE SALSA Y PASTA DE TOMATE</b>			<b>MAQ - M0032</b>
<b>Aplicación:</b> Laboratorio Aseguramiento de la Calidad	<b>Referencia:</b> 1.- NTP 203.070: 1977 (Revisada en el 2012)	<b>Fecha de elaboración:</b> 28/12/2010	<b>Fecha de actualización:</b> 26/02/2016	<b># Edición:</b> 03	
<b>Ubicación:</b> Aseguramiento de la Calidad		<b>Actualizado por:</b> Carmen M.	<b>Revisado por:</b> Celina Bazán	<b>Aprobado por:</b> Martha Limo	
<h1>Validado</h1>					
<b>TÍTULO: MÉTODO PARA DETERMINACIÓN DE ACIDEZ DE SALSA Y PASTA DE TOMATE</b>					
<b>CONTENIDOS</b>					
<ol style="list-style-type: none"> <li>1.- OBJETIVOS</li> <li>2.- ALCANCE</li> <li>3.- RESPONSABLES</li> </ol>					
<p><b>1. OBJETIVO :</b> Determinar el porcentaje de acidez en función al ácido predominante en la muestra problema, mediante método volumétrico.</p> <p><b>2. ALCANCE:</b> Dirigido a analistas de Calidad para seguir las pautas que se establecen y describen en el método a fin de obtener resultados confiables.</p> <p><b>3. RESPONSABLES:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>· Jefe de Aseguramiento de la Calidad: Responsable de dar las facilidades para la ejecución del método</li> <li>· Supervisor del Laboratorio de Calidad: Responsable de la verificación de los resultados y aplicación del presente método.</li> <li>· Analistas de Laboratorio: Responsables de la correcta aplicación de las pautas descritas en el presente método y de realizar el análisis de la muestra obteniendo resultados confiables.</li> </ul> <p><b>4. REFERENCIAS:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>· <b>NTP 203.070: 1977 (Revisada en el 2012).</b> PRODUCTOS ELABORADOS A PARTIR DE FRUTAS Y OTROS VEGETALES. Determinación de la Acidez. Frutas frescas, Frutas secas y mermeladas.</li> </ul> <p><b>5. FUNDAMENTO DEL MÉTODO:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>· El método de análisis se basa en la determinación del contenido de ácidos presentes en la muestra, el cual se halla mediante titulación de la muestra con NaOH estandarizado en presencia de fenolftaleína como indicador, el punto de equivalencia se detecta en el cambio de color del indicador.</li> </ul> <p><b>6. APLICACIÓN:</b> El método es aplicable para las muestras de Salsa de tomate y Pasta de tomate.</p>					
<p><b>8. DESCRIPCIÓN DEL ANÁLISIS:</b></p> <div style="display: flex; flex-wrap: wrap; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center; margin: 5px;">  <p>Verificar la estabilidad de la balanza a utilizar (burbujea de aire centrada)</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 5px;">  <p>Llevar a la balanza un matraz de 250ml limpio y seco, tarar su peso.</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 5px;">  <p>Pesar 0.5g de muestra sobre el matraz.</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 5px;">  <p>Agregar agua destilada libre de CO2 o neutralizada, hasta un peso de 100g</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 5px;">  <p>Homogenizar hasta que la muestra se disuelva por completo, si es necesario ayudarse con una bagueta.</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 5px;">  <p>Agregar de 3 a 4 gotas de indicador de fenolftaleína y homogenizar.</p> </div> </div>					

## CAPÍTULO 4. RESULTADOS

Mediante la mejora de validación y verificación que se realizó en el laboratorio central de Molitalia se obtuvo lo siguiente. Que las metodologías aplicadas para cada ensayo sean precisos, veraz, lo cual hace que los resultados reportado sean fidedigno. Logrando la fiabilidad de nuestros clientes internos (producción)

- Reducir el tiempo en el reporte de los resultados, por las modificaciones que se realizó de las metodologías el cual demandaban mucho tiempo en el análisis. Lo cual se pudo realizar con la mejora de la validación, ya que mediante con el desarrollo de los parámetros de validación se pudo concluir que las metodologías modificadas son confiables para su uso.

Tabla n.º 4-1. Cuadro de optimización de tiempo de metodología normalizada a metodología modificada.

SE MODIFICÓ LA METODOLOGÍA PARA OPTIMIZAR TIEMPO				COMENTARIO
MÉTODOS NORMALIZADO	TIEMPO MÉTODO	MÉTODO NO NORMALIZADO		
		MÉTODO MODIFICADO	TIEMPO MÉTODO	
Método para la determinación de humedad método de la estufa	03:18:00	Método para la determinación de humedad por termobalanza	00:10:53	Se implementó equipo rapido, como la termobalanza.
Método para determinacion de extraccion de grasa según Soxtec	04:52:38	Método para determinacion de extraccion de grasa según BLIGH DYER	00:48:40	Se implementó el uso del equipo centrifuga

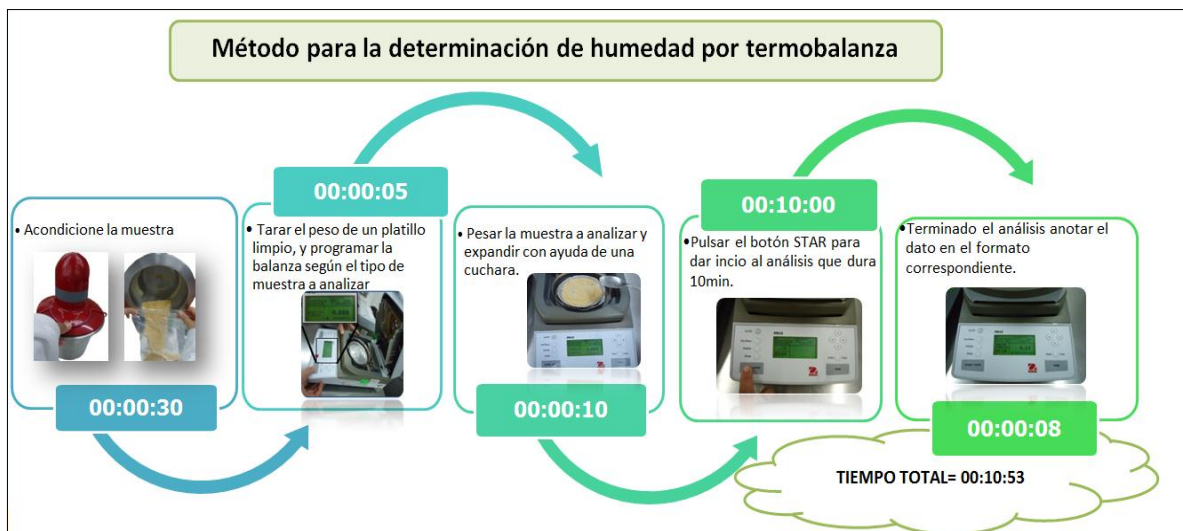
Fuente: Elaboración propia

Figura n.º 4-1. Evaluación de tiempo en el método de determinación de humedad en estufa



Fuente: Elaboración propia

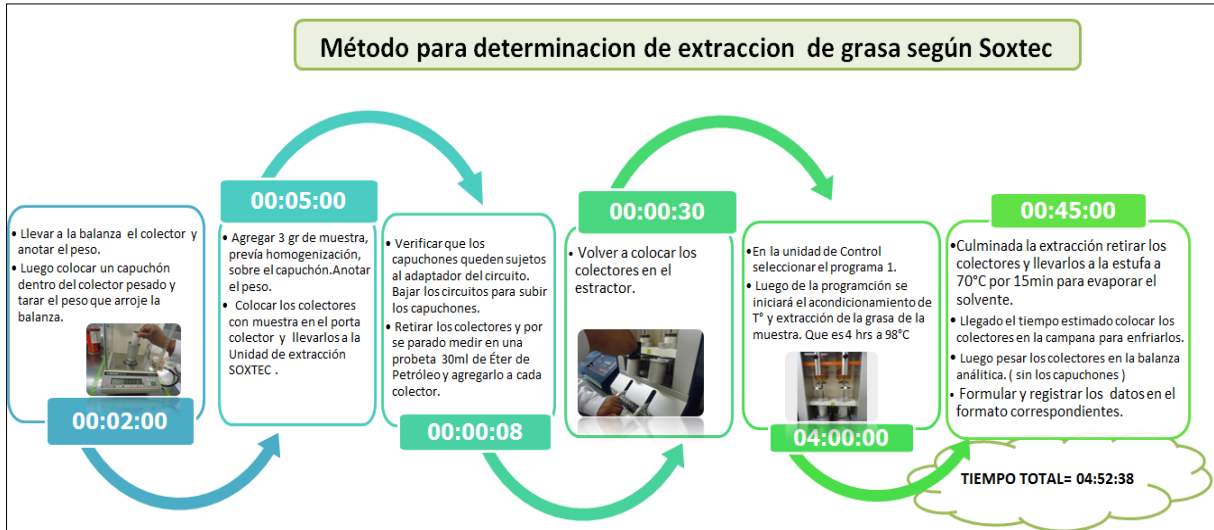
Figura n.º 4-2. Optimización de tiempo en el método de determinación de humedad en termobalanza



Fuente: Elaboración propia

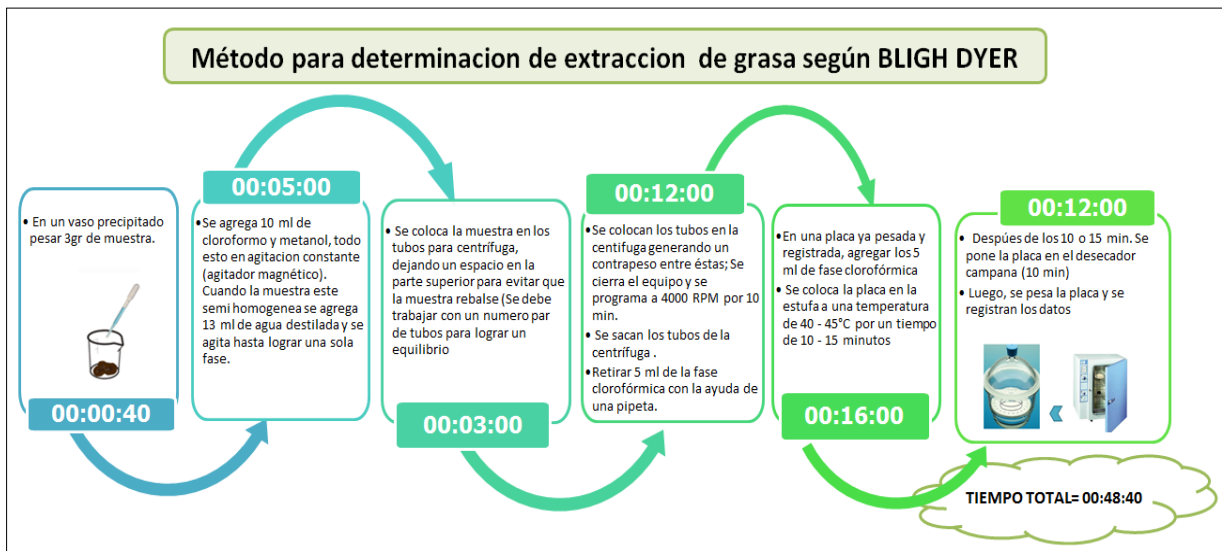


Figura n.º 4-3. Evaluación de tiempo en el método de determinación de extracción de grasa en Soxtec



Fuente: Elaboración propia.

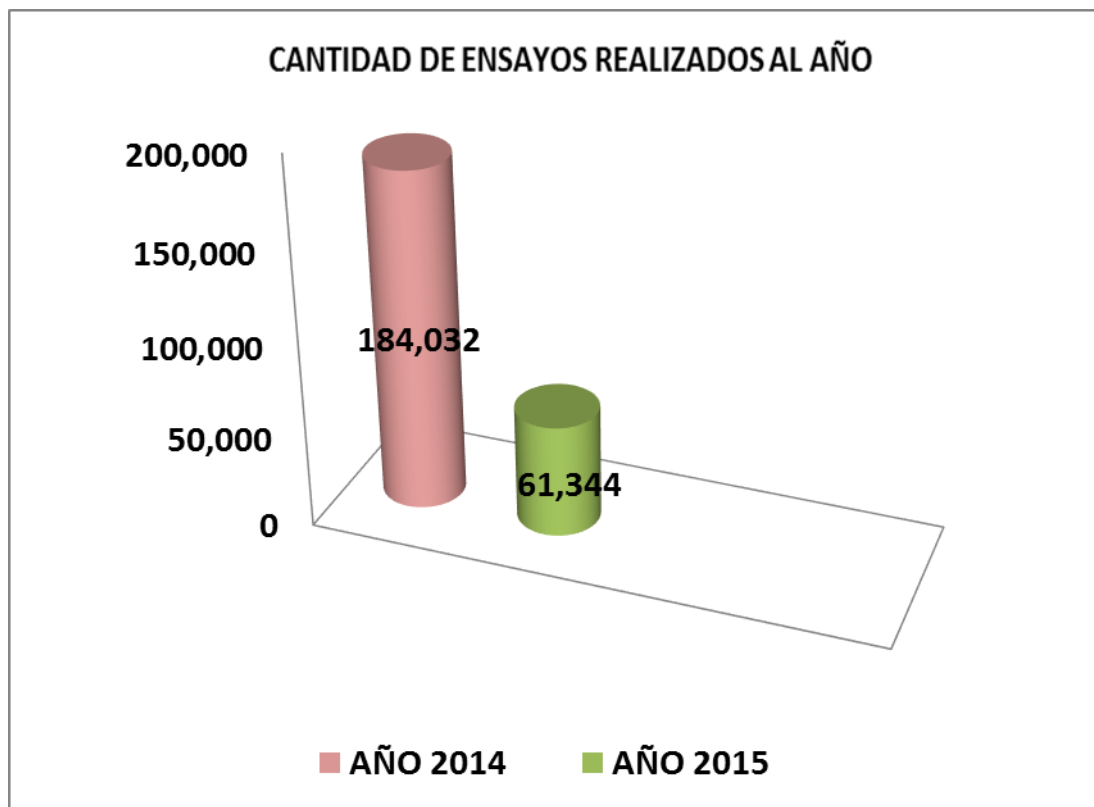
Figura n.º 4-4. Optimización de tiempo en el método de determinación extracción de grasa según BLIGH DYER



Fuente: Elaboración propia.

- Se optimizó las réplicas en los ensayos. De tres repeticiones de ensayo que se realizaba en cada muestra llevada al laboratorio, se optimizó a una, por la confiabilidad que se tiene a las metodologías validadas y verificadas. Ello conllevó en:
  - ✓ Reducir costos en el consumo de reactivos.
  - ✓ Reducir los costos de mantenimientos correctivos de los equipos

Figura n.º 4-5. Comparación del año 2014 y 2015 de cantidades de ensayos realizado en el laboratorio central Molitalia S.A



Fuente: Elaboración propia.

Figura n.º 4-6. Comparación del año 2014 y 2015 de costos de reactivos invertido en el laboratorio central Molitalia S.A

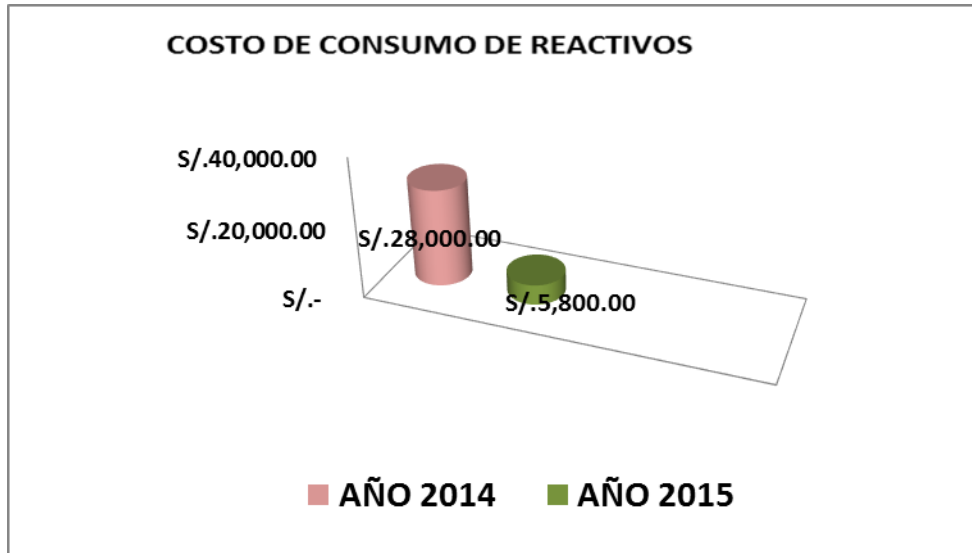
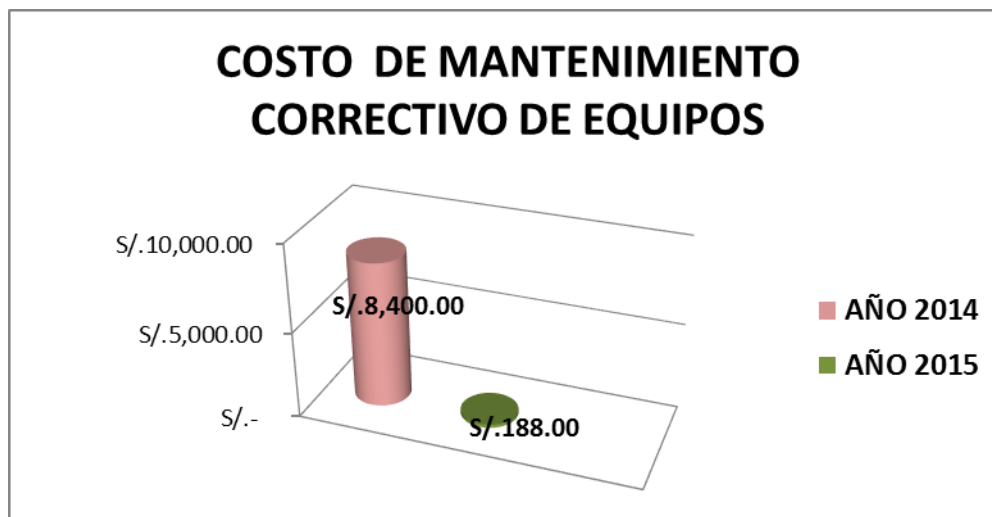


Figura n.º 4-7. Comparación del año 2014 y 2015 del costo de mantenimiento correctivo de equipos.



Fuente: Elaboración propia.

## CAPÍTULO 5. DISCUSIÓN

- ❖ Reducir el tiempo en el reporte de los resultados, fue significativo, ya que se pudo reducir un ensayo de **3:18:00 hrs a 10:53 min**, así mismo de **4:52:38 hrs a 48:40 min**. Para ello fue muy vital el uso de las herramientas estadísticas básicas, así mismo de las guías de validación que nos brinda la ISO 17025 y Eurachem, quien nos permitió utilizar sus criterios de aceptación de los parámetros de precisión, veracidad y repetibilidad. Logrando así definir si el método que se modificó con la finalidad de reducir el tiempo es confiable o no. Así mismo se tuvo la estrategia de contar con un dato de referencia para la comparación de nuestros resultados de ensayos. Lo cual se recurrió de un laboratorio externo acreditado.

Para reducir el tiempo del método de ensayo normalizado como el método de determinación de humedad en estufa y el método de determinación de extracción de grasa según Soxtec, se realizó lo siguiente:

- ✓ Se investigó que equipos sofisticados y rápidos (libros, internet, tesis, normas internacionales, etc.) se encuentra en el mercado, el cual pueda reemplazar al equipo oficial que nos indica el método normalizado.
  - ✓ Se buscó proveedores quienes nos podrían vender los equipos ya identificados.
  - ✓ Una vez adquirido el equipo se procedió a realizar varios ensayos en el laboratorio central, el cual el dato de referencia para la comparación de nuestros resultados fue de un laboratorio externo acreditado.
  - ✓ Teniendo los datos de ensayo, se procedió en la evaluación de ello, aplicando las herramientas estadísticas, para determinar si nuestros resultados son confiables y así poder concluir que la nueva metodología de ensayo podrá ser replicada sin ninguna incertidumbre.
- ❖ Se optimizó las réplicas en los ensayos. De tres repeticiones de ensayo que se realizaba en cada muestra llevada al laboratorio, se redujo a una. Se pudo lograr esta optimización, ya que los métodos aplicados en el laboratorio están validados y/o verificados, lo cual nos genera confianza en su uso. Ya que en el proceso de validación y/o verificación se toman medidas para garantizar que no exista algún error en todas las etapas de la metodología a validar como:

- ✓ Los equipos y materiales sean los idóneos, así mismo estén calibrados.
- ✓ Los reactivos sean de garantía.
- ✓ Que el personal esté capacitado.
- ✓ Controlar que la temperatura del laboratorio sea estable (recomendable a 21°C)

Al cumplir estas medidas, nos garantiza que todas las etapas de la metodología se encuentran en control.

## CONCLUSIONES

Con la mejora de la implementación de la validación y/o verificación de las metodologías de ensayos aplicadas en el laboratorio central se logra la confiabilidad de los resultados, aplicando las herramientas estadísticas, los parámetros de precisión, veracidad y repetibilidad que nos proporciona la ISO17025 y la guía de ERACHEM, así mismo se aplicó la estrategia de contar con un dato de referencia de un laboratorio externo acreditado, con la finalidad de definir si los resultados obtenidos en los ensayos son confiables. Ello conllevó:

- ✓ Reducir la cantidad de ensayos de **184,032 a 61,344**. Teniendo una reducción de **122,688** ensayos al año.
- ✓ La optimización de tiempos de **04:52hrs a 00:48:40min** en los métodos de ensayos.
- ✓ Se disminuyó el gasto en reactivos de **S/. 28,000.0 a S/. 5,800.00**. Tener un ahorro de **S/. 22,200.00** al año.
- ✓ Así mismo se tuvo reducción en el gasto de mantenimiento correctivos de equipos de **S/. 8,400.00 a S/. 188.00** teniendo un ahorro de **S/. 8, 212.00**.

## RECOMENDACIONES

En la elaboración de cualquier tipo de producto se debe utilizar una serie de procedimientos o métodos cualitativos y cuantitativos que garanticen su calidad y que aseguren que poseen la formulación adecuada. Por lo cual se recomienda que:

- ✓ Todas las metodologías de ensayo a utilizar deben de ser evaluados y sometidos a prueba para asegurarse de que producen unos resultados válidos y coherentes con el objetivo previsto, es decir, deben de ser validados y/o verificados.
- ✓ Cuando se modifique alguna etapa de la metodología validada o se haya cambiado algún equipo, se debe de realizar una nueva validación.
- ✓ Todos los analistas que apliquen el método de ensayo los vayan a utilizar han de recibir una formación adecuada y demostrar su competencia en su utilización antes de empezar a actuar en casos concretos, para ellos se evaluará la metodología de la repetibilidad. Así mismo se ejecutará la validación en caso se introducen cambios importantes en la metodología, o se aplica en una situación nueva (por ejemplo, una muestra de matriz nueva).

## REFERENCIAS

Aguirre L, (2001) Validación de métodos analíticos, Asociación Española de Farmacéuticos de Industria. Barcelona.

CODEX. (2009). Directrices sobre la terminología analítica (CAC/GL 72-2009).

Delgado, G. (2009). Validación y verificación de métodos de ensayos.

Eurachem (2005). Métodos analíticos adecuados a su propósito Guía de Laboratorio para la Validación de Métodos y Temas Relacionados. 2ª Edición. Traducido en México.

Frederick, M. (1991) Principios de garantía de calidad para laboratorios analíticos.

Manual de Procedimiento- Comisión del Codex Alimentarius- 19o Edición- OMS/FAO.

Swedish National Food Administration (2007). Estudio de Validación de Métodos Analíticos (Una guía práctica para laboratorios Químicos).

Official Methods of Analysis of AOAC International. 18 th Edition, 2005. Appendix E: Laboratory Quality Assurance.

Validación de métodos de análisis químicos Procedimiento NMKL No. 4 (1996). Versión Español 1, febrero 1997.

ISO/ IEC 17025:2005. Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración.



## ANEXOS

### ANEXO n.º 1. Importancia de contar con métodos validados.



ANEXO n.º 2. Cronograma de calibración y mantenimiento preventivo de equipos del laboratorio de la empresa Molitalia.

molitalia		LISTA DE EQUIPOS DE LABORATORIO										MAQ-R0162	
Fecha de ingreso a Lab.	Proveedor	Imágenes	Uso	Código Interno	Equipo	Marca	Especificación del equipo	Frecuencia de Mantenimiento y/o calibración por terceros	Frecuencia de verificación interna	Ubicación Sub - Área	Ultima Calibración / Mantenimien	Fecha próxima calibración / Mantenimiento/ Renovación	
25/11/2013	Teccios		Determinar el valor de pH de muestras viscosas y líquidas las cuales pueden ser productos en proceso, terminado y/o materia prima	P-009	pH-metro	Ohaus	0 a 14 pH	Dependiendo su condición.	Tres veces al día	Lab.-Confites	<a href="#">27-10-15</a>	***	
01/05/2009	Kossodo		Determinación rápida del porcentaje de humedad en muestras de materia prima, producto en proceso y/o terminado.	BH-003	Balanza de Humedad	Ohaus	35 g.	Anual	No aplica	Lab.-Confites	<a href="#">25-09-15</a>	25-09-16	
09/11/2011	Pesacon		Determinación rápida del porcentaje de humedad en muestras de materia prima, producto en proceso y/o terminado.	BH-007	Balanza de Humedad	AND	51 g.	Anual	No aplica	Lab.-Confites	<a href="#">25-09-15</a>	25-09-16	
09/11/2011	Pesacon		Determinación rápida del porcentaje de humedad en muestras de materia prima, producto en proceso y/o terminado.	BH-006	Balanza de Humedad	AND	51 g.	Anual	No aplica	Lab.-Central	<a href="#">25-04-16</a>	25-04-17	
09/11/2011	Pesacon		Determinación rápida del porcentaje de humedad en muestras de materia prima, producto en proceso y/o terminado.	BH-008	Balanza de Humedad	AND	51 g.	Anual	No aplica	Lab.-Central	<a href="#">30-09-15</a>	30-09-16	

ANEXO n.º 3. Certificado de calibración de balanza de pesaje



**Metrolab**  
METROLOGÍA Y LABORATORIO S.A.C.

**CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN N° MLM-311-2016**

Página 1 de 3

FECHA DE CALIBRACIÓN	: 2016-06-09	FECHA DE EMISIÓN	: 2016-06-13
		ORDEN DE TRABAJO	: OTC-062-2016

**1. SOLICITANTE** : MOLITALIA S. A.

**DIRECCIÓN** : Av. Universitaria N° 6464 - Los Olivos

**2. INSTRUMENTO DE MEDICIÓN** : BALANZA

<b>MARCA</b>	: OHAUS	<b>ALCANCE DE INDICACIÓN</b>	: 45 g
<b>MODELO</b>	: MB45	<b>DIVISIÓN DE ESCALA / RESOLUCIÓN</b>	: 0,001 g
<b>NÚMERO DE SERIE</b>	: B423675625	<b>DIVISIÓN DE VERIFICACIÓN ( e )</b>	: 0,01 g
<b>PROCEDENCIA</b>	: SUIZA	<b>TIPO</b>	: ELECTRÓNICA
<b>IDENTIFICACIÓN</b>	: BH-013 (*)		

**UBICACIÓN** : LABORATORIO CENTRAL

**3. PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN**  
Procedimiento para la Calibración de Balanzas de Funcionamiento no Automático Clase I y II; PC - 011 del SNM-INDECOPI, 4ta edición Abril 2010.

**4. LUGAR DE CALIBRACIÓN**  
LABORATORIO CENTRAL de MOLITALIA S. A.  
Av. Universitaria N° 6464 - Los Olivos

**5. DECLARACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE**

La incertidumbre reportada en el presente certificado es la incertidumbre expandida de medición que resulta de multiplicar la incertidumbre estándar por el factor de cobertura  $k=2$ . La incertidumbre fue determinada según la "Guía para la Expresión de la incertidumbre en la medición". Generalmente, el valor de la magnitud está dentro del intervalo de los valores determinados con la incertidumbre expandida con una probabilidad de aproximadamente 95 %.

Los resultados son válidos en el momento y en las condiciones de la calibración. Al solicitante le corresponde disponer en su momento la ejecución de una recalibración, la cual está en función del uso, conservación y mantenimiento del instrumento de medición o a reglamentaciones vigentes.

METROLAB S.A.C. no se responsabiliza de los perjuicios que pueda ocasionar el uso inadecuado de este instrumento, ni de una incorrecta interpretación de los resultados de la calibración aquí declarados.

Los resultados de este certificado de calibración no debe ser utilizado como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce.

**METROLAB S.A.C.**

*Héctor Méndez Peroné*  
GERENTE GENERAL





**METROLAB S.A.C.**

*Jorge Luis Pacheco Cristóbal*  
Gerente Técnico  
*Jorge Pacheco Cristóbal*  
Gerente Técnico

PT-07-R12      Revisión: 01      Elaborado: JLPC      Revisado: HRMP      Aprobado por: HRMP



CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN Nº MLM-311-2016

Página 2 de 3

6. CONDICIONES AMBIENTALES

	Mínima	Máxima
Temperatura	21,9 °C	22,0 °C
Humedad Relativa	42 %	49 %

7. TRAZABILIDAD

Este certificado de calibración documenta la trazabilidad a los patrones nacionales e internacionales, que realizan las unidades de medida de acuerdo con el Sistema Internacional de Unidades (SI).

Trazabilidad	Patrón utilizado	Certificado de calibración
Patrones de referencia del INACAL - METROLOGÍA	pesas (exactitud E2)	LM-774-2015

8. OBSERVACIONES

(\*) Código indicado en una etiqueta adherida al instrumento.  
Los errores máximos permitidos (e.m.p.) para esta balanza corresponden a los e.m.p. para balanzas en uso de funcionamiento no automático de clase de exactitud II, según la Norma Metroológica Peruana 003.  
Con fines de identificación se colocó una etiqueta autoadhesiva de color verde con la indicación "CALIBRADO".

9. RESULTADOS DE MEDICIÓN

INSPECCIÓN VISUAL			
AJUSTE DE CERO	TIENE	ESCALA	NO TIENE
OSCILACIÓN LIBRE	TIENE	CURSOR	NO TIENE
PLATAFORMA	TIENE	SISTEMA DE TRABAJO	NO TIENE
NIVELACIÓN	TIENE		

ENSAYO DE REPETIBILIDAD

Medición Nº	Carga L1= 22,000 g		Carga L2= 45,000 g				
	Temp (°C)	HR (%)	Temp (°C)	HR (%)			
	21,9	43	21,9	44			
	kg	Δ L(mg)	E(mg)	kg	Δ L(mg)	E(mg)	
1	22,000	0	0	45,000	0	0	
2	22,000	0	0	45,001	0	0	
3	22,001	0	1	45,000	0	0	
4	22,000	0	0	45,001	0	1	
5	22,001	0	1	45,001	0	1	
6	22,001	0	1	45,001	0	1	
7	22,001	0	1	45,000	0	0	
8	22,001	0	1	45,000	0	0	
9	22,000	0	0	45,001	0	1	
10	22,000	0	0	45,001	0	1	
Diferencia Máxima		1		1		1	
Error máximo permitido		± 10 mg		±		± 10 mg	



PT-07-R12

Revisado: DT

Elaborado: JLPC

Revisado: HRMP

Aprobado por: HRMP

Av. Guardia Peruana Nº 381 Urb. Matellini - Chorrillos - Lima - Perú  
Teléfonos: 637 3138 / 637 3139 Entel: 994 221 268 RPC: 987 940 137  
email: atencion\_al\_cliente@metrolabsac.com / metrologia@metrolabsac.com / soporte\_tecnico@metrolabsac.com

ANEXO n.º 4. Certificado de calibración de centrífuga

**Metrolab**  
METROLOGÍA Y LABORATORIO S.A.C.

**CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN**      **MLE-054-2015**

Página : 1 de 2  
Fecha de emisión : 2015-10-30

**1. SOLICITANTE** : **MOLITALIA S. A.**  
DIRECCIÓN : Av. Universitaria N° 6464 - Los Olivos

**2. INSTRUMENTO DE MEDICIÓN** : **CENTRÍFUGA**  
MARCA : THERMOFISHER  
MODELO : LABOFUGE 200  
N° DE SERIE : 41341011  
PROCEDENCIA : Alemania  
ALCANCE DE INDICACIÓN : 1600 rpm a 5300 rpm  
IDENTIFICACIÓN : C-001 (\*)  
UBICACIÓN : Laboratorio de Control de Calidad  
FECHA DE CALIBRACIÓN : 2015-10-27

**3. MÉTODO Y PATRÓN DE MEDICIÓN**  
La Calibración se realizó con un Tacómetro Laser Control Company 4246, con Certificado de Calibración N° 4262-4793564 de Control Company.

**4. RESULTADOS**  
La calibración se realizó bajo las siguientes condiciones ambientales:  
Temperatura: 23,2 °C a 24,1 °C Humedad Relativa: 62 % a 65 %  
Los resultados de las mediciones efectuadas se muestran en la página 02 del presente documento.  
La incertidumbre de la medición se determinó con un factor de cobertura K=2, para un nivel de confianza del 95% aproximadamente.

**5. OBSERVACIONES**  
(\*) Código indicado en una etiqueta adherida al instrumento.  
Con fines de identificación se colocó una etiqueta autoadhesiva de con la indicación "CALIBRADO".  
La periodicidad de las calibraciones está en función del uso, conservación y mantenimiento del medio de medición.

  
**METROLAB S.A.C.**

  
LABORATORIOS  
1989

  
**METROLAB S.A.C.**

  
CIEN TÉCNICA METROLAB  
Vº Bº

ANEXO n.º 5. Certificado de mantenimiento correctivo de equipo extractor de grasa



**Metrolab**  
METROLOGÍA Y LABORATORIO S.A.C.

**INFORME DE SERVICIO TÉCNICO**

**ML-IT-1759-2014**

Página : 1 de 1  
Fecha : 2014-07-16

**1. SOLICITANTE** : MOLITALIA S.A.  
Dirección : Av. Universitaria N° 6464 - Los Olivos.

**2. EQUIPO** : EXTRACTOR DE GRASA - SOSHLET  
Marca : FOSS  
Modelo : SOXTEC 2045  
Serie : 520013729  
Código : EG-001  
Servicio efectuado en : Laboratorio Metrolab

**3. CONDICIONES INICIALES DEL EQUIPO**

- ▶ Se encontró equipo con condensadores sucios.
- ▶ Se encontró equipo de control con polvo.
- ▶ Se encontró sistema de enfriamiento sucio.
- ▶ Se encontró sistema de calefacción con polvo.
- ▶ Se encontró superficies internas con polvo.

**4. TRABAJOS REALIZADOS**

- ▶ Desmontaje general de los equipos.
- ▶ Verificación y limpieza interna y externa del panel de control.
- ▶ Desmontaje y verificación del material de vidrio.
- ▶ Verificación y limpieza de las tuberías internas.
- ▶ Verificación y limpieza del sistema de calefacción (resistencias y sensores)
- ▶ Montaje general de ambos equipos.
- ▶ Pruebas de buen funcionamiento.

**5. CONDICIONES FINALES DEL EQUIPO**

- ▶ El equipo cumple con las especificaciones del fabricante.  
Equipo queda operativo al 100 %.

**6. RECOMENDACIONES/OBSERVACIONES**

- ▶ Se recomienda hacer mantenimiento periódico al equipo.

  
Ing. Técnico

  
Metrolab S.A.C.  
Elizabeth Rojas-García

ANEXO n.º 6. Certificado de mantenimiento correctivo de equipo titulador volumétrico

**H.W.Kessel S.A.C.**

Departamento de Ingeniería

Desde 1928 al Servicio de la Ciencia y Tecnología  
Equipar Laboratorios es Nuestra Especialidad...  
... Servir al Cliente es Nuestra Meta

**INFORME TECNICO AT0333-14/ING**

Lima, 09 de julio del 2014

Señores  
MOLITALIA S.A

**Atención** : Celina Bazán

**Referencia** : TITULADOR VOLUMETRICO 915 KF TI-TOUCH / METROHM / 915 KF TI-TOUCH / S/N: 1915001007122 / Id: 11742

Después de un corto saludo pasó a informar sobre la inspección realizado a su equipo:

**INSPECCIÓN Y DIAGNÓSTICO:**

- Se inspecciona el agitador, marca Polytron con los siguientes accesorios.
  - 1.1.Fuente de estación – P1300DBase V3, con número de serie PF-831-0006-01-13
  - 1.2.Unidad - Polytron PT1300D V3, con número de serie PF-831-0005-01-13
- El usuario informa que hay presencia de ruido durante el proceso de ensayo.

**SERVICIO REALIZADO:**

- Se realizó la verificación de funcionamiento del Polytron en vacío (sin muestra), a la velocidad de 15000 rpm, donde se percibe un ruido aleatorio muy leve.
- Cuando se verifica la operatividad del Polytron con muestra en el vaso de reacción, a la velocidad de 15000 rpm se percibe el ruido de baja intensidad.
- El ruido detectado no proviene del motor del Polytron, sino del dispersor de agregados.
- Realizando la limpieza del dispersor de agregados, se encontró el siguiente residuo:



  
H.W.Kessel S.A.  
Ing. Jaime Villegas Terrel  
Dpto. Ingeniería

Av. Ricardo Palma N° 905, San Antonio - Miraflores, Lima 18  
Teléfono: 219-2800 // Fax: 219-2801  
em@il: [ingenieria@hwkessel.com.pe](mailto:ingenieria@hwkessel.com.pe) // Web: [www.hwkessel.com.pe](http://www.hwkessel.com.pe)

Página 1 de 3

ANEXO n.º 7. Certificado de reactivo cloroformo

*Lote: 26R*



## Cloroformo

### Baker Analyzed ACS Reactivo

No. de Producto : 9180  
No. de Lote : T02C60  
Fecha de Manufactura:  
Ene. 22, 15

## Certificado de Análisis

PRUEBAS	ESPECIFICACIONES	RESULTADOS
<b>Cumple Especificaciones ACS</b>		
Acetona, aldehidos como (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO	Pasa prueba	Pasa prueba
Ensayo (CHCl <sub>3</sub> ) (por CG corregido por Agua)	Mín. 99.8%	99.99000 %
Etanol	0.7 - 1.0 %	0.80000 %
Ácido y Cloruro	Pasa prueba	Pasa prueba
Cloro Libre	Pasa prueba	Pasa prueba
Color (APHA)	Máx. 10	5.0
Plomo (Pb)	Max. 0.05 ppm	0.050 ppm
Residuo Después de Evaporación	Max. 2.00 ppm	0.800 ppm
Sustancias Obscurecidas por H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Pasa prueba	Pasa prueba
Adecuado para Uso en Prueba de Dilitzona	Pasa prueba	Pasa prueba
Agua (H <sub>2</sub> O)	Max. 0.01 %	0.00800 %



ANEXO n.º 8. Certificado de reactivo cloroformo

Lote Interno:  
2013 - 200

M

## Certificate of Analysis

1.06498.1000 Sodium hydroxide pellets for analysis EMSURE® ISO

Batch            B0964298

---

	Spec. Values		Batch Values	
	Value	Unit	Value	Unit
Assay (acidimetric, NaOH)	≥ 99.0	%	99.4	%
Carbonate (as Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	≤ 1	%	0.3	%
Chloride (Cl)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Phosphate (PO <sub>4</sub> )	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Silicate (SiO <sub>2</sub> )	≤ 0.001	%	≤ 0.001	%
Sulphate (SO <sub>4</sub> )	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Total nitrogen (N)	≤ 0.0003	%	≤ 0.0003	%
Heavy metals (as Pb)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Al (Aluminium)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
As (Arsenic)	≤ 0.0001	%	≤ 0.0001	%
Ca (Calcium)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Cu (Copper)	≤ 0.0002	%	≤ 0.0002	%
Fe (Iron)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
K (Potassium)	≤ 0.05	%	0.007	%
Mg (Magnesium)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Ni (Nickel)	≤ 0.00025	%	≤ 0.00025	%
Pb (Lead)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Zn (Zinc)	≤ 0.001	%	≤ 0.001	%

Date of release (DD.MM.YYYY) 05.09.2013  
Minimum shelf life (DD.MM.YYYY) 30.09.2016

Dr. Matthias Rompel  
Responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature.

ANEXO n.º 9. Capacitación de personal de laboratorio de Molitalia

 **CERPER**  
CERTIFICACIONES DEL PERU S.A.

CI-EX-418/15



**CERTIFICADO**

Otorgado a:

*Carmen Mantilla Apolinario*

Por su Participación en la Capacitación:

**“BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO”**

Realizado el 24, 26 y 27 de junio de 2015, en las instalaciones del Colegio de Ingenieros del Perú – Consejo Nacional, con una duración de 16 horas.

Callao, junio de 2015

  
Sara Fernández García  
Jefe de Capacitación e Imagen

  
Miguel Caillaux Campbell  
Sub Gerente Comercial  
CERPER S.A.

DC-R-C  
Versión 01  
2013-10-01

ANEXO n.º 10. Método de extracción de grasa y aceites por Soxtec

		<b>MÉTODO PARA EXTRACCIÓN DE GRASA Y ACEITE POR SOXTEC</b>			<b>MAQ-M0016</b>
Aplicación: Laboratorio Aseguramiento de la Calidad	Referencia: NTP 208.016  2009 NTP 206.017-1981	Fecha de elaboración: 20/10/2010	Fecha de actualización: 25/02/2013	# Edición: 03	
Ubicación: Aseguramiento de la Calidad		Actualizado por: Carmen Mantilla	Revisado por: Celina Bazán	Aprobado por: Martha Limo	
<b>1. OBJETIVO :</b>					
Determinar el contenido de materia grasa de una muestra, utilizando un solvente y la unidad de extracción SOXTEC 2045.					
<b>2. ALCANCE:</b>					
El procedimiento esta dirigido a analistas de materia prima y analistas de laboratorio e Inspectores de línea.					
<b>3. RESPONSABLES:</b>					
<ul style="list-style-type: none"> <li>· <b>Jefe Nacional de Aseguramiento de la Calidad:</b> Responsable del cumplimiento dando las facilidades para la ejecución.</li> <li>· <b>Coordinador del Laboratorio de Calidad:</b> Responsable de la verificación de los resultados y aplicación del presente método.</li> <li>· <b>Analistas de Laboratorio:</b> Responsables de la correcta aplicación de las pautas descritas en el presente método y de realizar los análisis de las muestras, obteniendo resultados cuantitativos y cualitativos confiables, de acuerdo a especificaciones técnicas establecidas.</li> </ul>					

**4.MATERIALES Y REACTIVOS:**

EQUIPOS	MATERIALES	REACTIVOS
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Extractor de grasa FOSS</li> <li>- Unidad de Control 2046 y</li> <li>- Unidad de Extacción</li> <li>- SOXTEC 2045.</li> <li>- Balanza analítica</li> <li>- Estufa.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Probeta de 205ml</li> <li>- Capuchones o Dedales</li> <li>- Colector.</li> <li>- Vaso de precipitado (vidrio o plástico)</li> <li>- Bagueta.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Éter de petróleo o Éter Etílico.</li> </ul>

**8.CALCULO:**

$$\% \text{ Grasa} = \frac{(Pf - Pc) * 100}{Pm}$$

**Donde:**

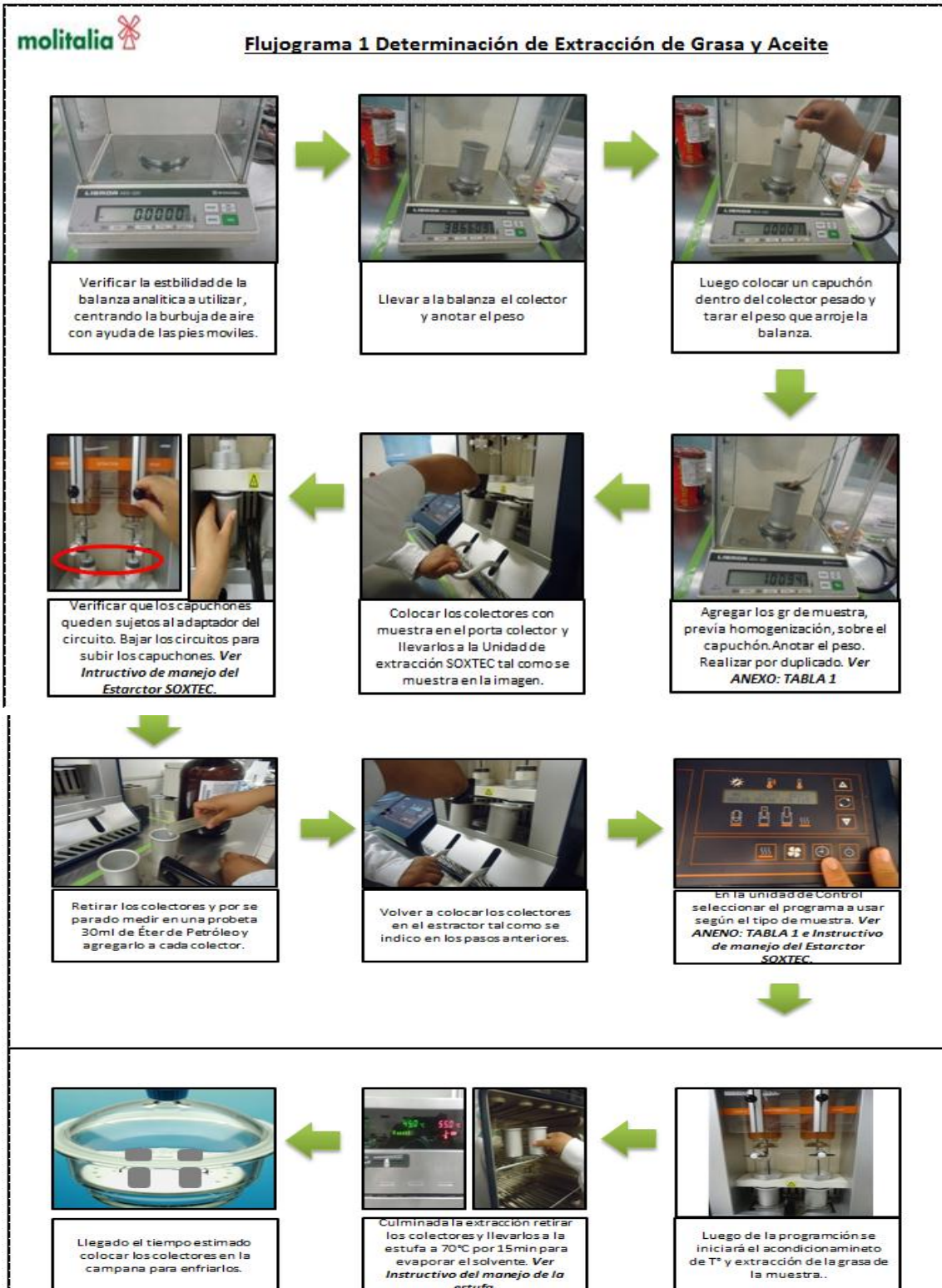
**Pf:**           Peso Final                               **100:** Factor de conversión a  
%

**Pc:**           Peso del colector


**Pm:**           Peso de la muestra en gr.

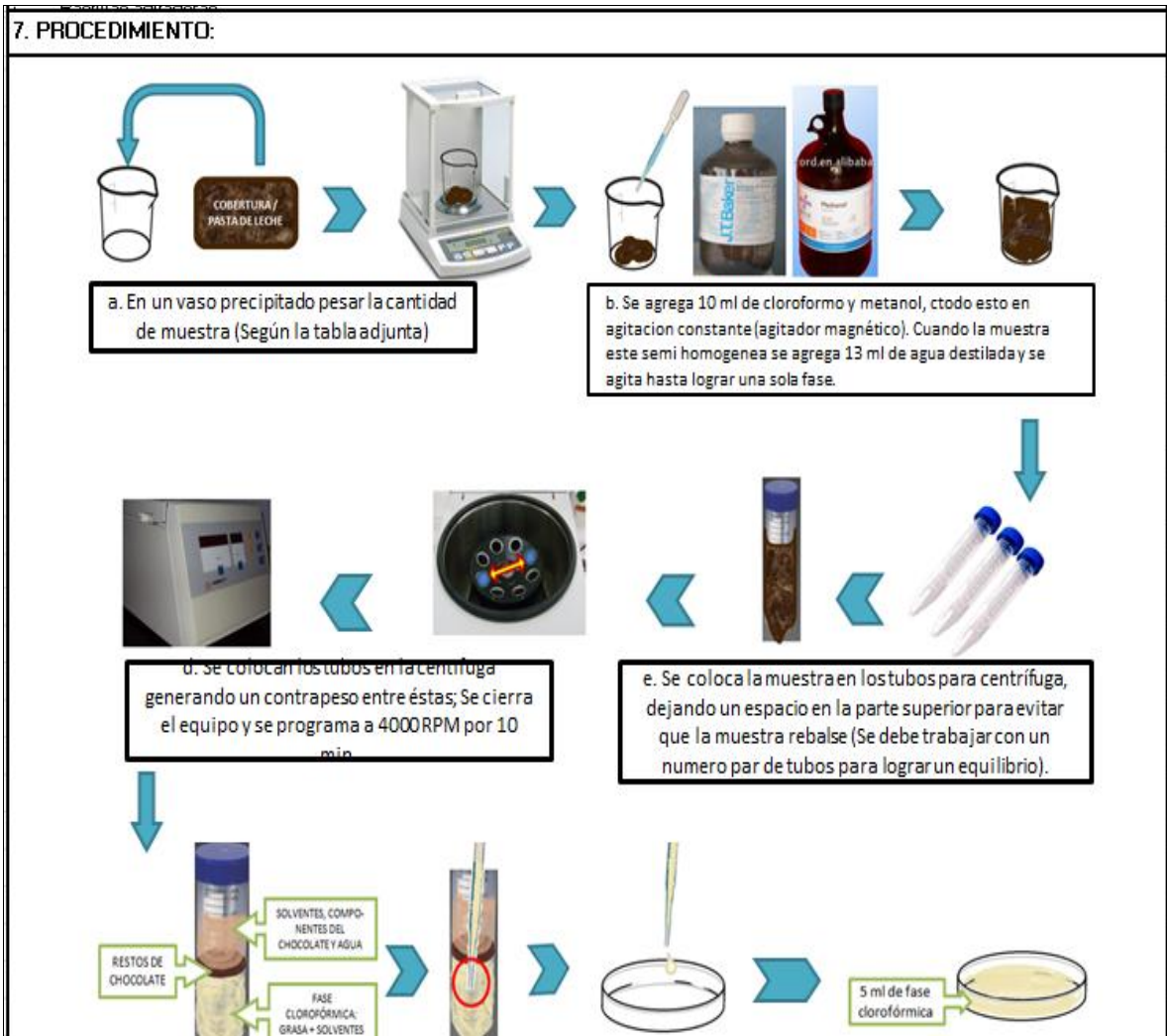
**9.REGISTRO:**

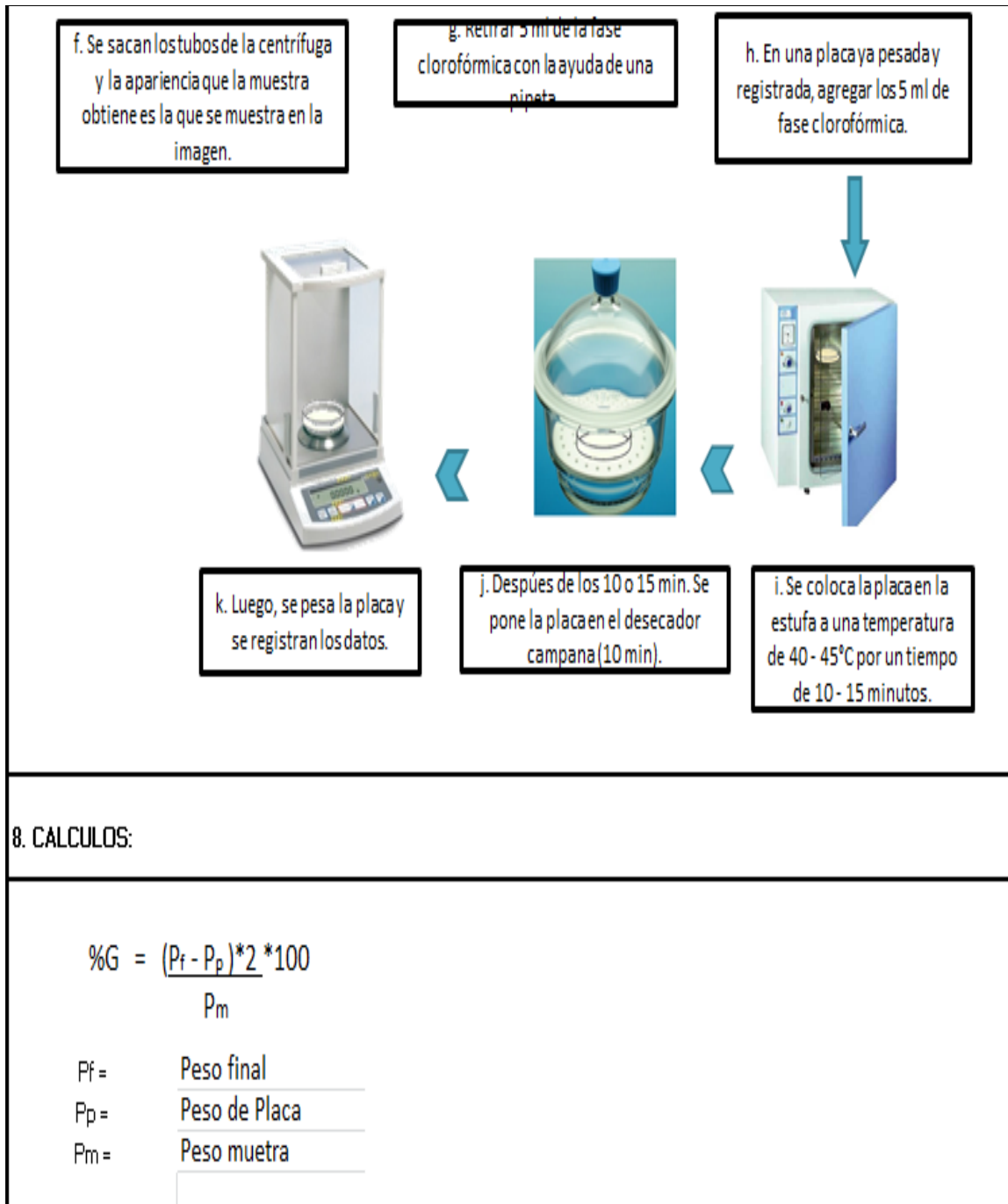
Registrar los datos en el formato correspondiente (Certificado de calidad, formato de control de proceso u otro), verifique si cumple con la especificación técnica (E.T.), caso contrario realizar nuevamente el análisis para confirmar el resultado.



ANEXO n.º 11. Método de extracción de grasa según Bligh Blighdyer


		<b>MÉTODO PARA DETERMINACION DE EXTRACCION DE GRASA SEGÚN BLIGH DYER</b>		<b>MAG-0043</b>
Aplicación : Laboratorio C. Calidad	<b>Planta:</b> Los Olivos	<b>Fecha de elaboración:</b> 25/10/2015		# Edición : 01
	<b>Referencia:</b> NTP 202.126 - 1998. Método de extracción soxhlet automatizado 2045. RCHQAI A - 002 Carozzi	<b>Elaborado por:</b> Cramen Mantilla	<b>Revisado por:</b> Celina Bazán	<b>Aprobado por:</b> Martha Limo
<h1>Validado</h1>				
<b>1. OBJETIVO :</b>				
Determinar el contenido de materia grasa de una muestra, utilizando solventes con determinadas funciones.				
<b>2. PRINCIPIO DEL MÉTODO :</b>				
El uso de solventes: Cloroformo y metanol, ayuda a que la estructura de la muestra sea desnaturalizada facilitando la extracción de la grasa. El agua ayuda a separar la grasa de los reactivos.				
<b>3. ALCANCE:</b>				
El método es aplicable a muestras de coberturas, pastas y rellenos reconstituidos o de maquila.				
<b>4. RESPONSABLES:</b>				
<ul style="list-style-type: none"> <li>Analistas de Laboratorio e Inspectores: Responsable de realizar el muestreo y análisis del producto.</li> <li>Jefe de Aseguramiento de la Calidad: Responsable de la verificación de los resultados y aplicación del método</li> </ul>				
<b>5. REFERENCIA:</b>				
<ul style="list-style-type: none"> <li>NTP 208.016 2009 Productos del Cacao. Grasa en Productos del Cacao. Método de Extracción por Soxhlet</li> <li>NTP 202.126 - 1998. LECHE Y PRODUCTOS LACTEOS. Leche cruda. Grasa en la leche. Método Roesse-Gottlieb</li> <li>El método por Centrifuga según BLIGH DYER es empleado en la Empresa Carozzi; Se tomó como referencia éste método por el tiempo de análisis requerido; ya que por soxtec el tiempo es de 3 horas aproximadamente y con el de centrifuga el tiempo es de máximo 1 hora.</li> </ul>				
<b>6. MATERIALES Y REACTIVO:</b>				
<ul style="list-style-type: none"> <li>Centrifuga 4000 RPM</li> <li>Estufa 40°C</li> <li>Desecador Campana</li> <li>Balanza analítica</li> <li>Agitador magnético</li> <li>Tubos para centrifuga</li> <li>Vaso precipitado</li> <li>Pastillas agitadoras</li> <li>Reactivos: Cloroformo y Metanol</li> <li>Probeta de 25ml.</li> <li>Placa Petric</li> <li>Pipetas 5 - 10 ml</li> </ul>				







ANEXO n.º 12. Requerimiento para realización de análisis a laboratorio externo

 <b>REQUERIMIENTO / ANALISIS EXTERNO PARA VALIDACIÓN</b>								
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;"> <span style="color: #800000;">Proveedor seleccionado</span> </div>								
MUESTRA	LABORATORIO	PRECIO SOLES UNITARIO (SIN IGV)	PRECIO DOLARES UNITARIO (SIN IGV)	CANTIDAD DE MUESTRA	PRECIO SOLES TOTAL (SIN IGV)	COTIZACIÓN	TIEMPO DE ENTREGA DE RESULTADOS	OBSERVACIONES
<b>SALSA DE TOMATE</b>								
<b>SALSA DE TOMATE</b> *ANALISIS: Determinación de Acidez *METODO: AOAC 935.57: 2012; 19th Ed. Acidity (Total) of food dressings. *MUESTRAS:(01) Salsa de tomate	SGS	S/ 49.50	-	1	S/ 49.50	SGS	7 DIAS A PARTIR DEL INGRESO DE MUESTRAS AL LABORATORIO	
<b>SALSA DE TOMATE</b> *ANALISIS: ACIDEZ EN PRODUCTOS LACTEOS EN POLVO *METODO: NTP 203.070. 1877 (revisada el 2012). PRODUCTOS ELABORADOS A PARTIR DE FRUTAS Y OTROS VEGETALES. DETERMINACION DE LA ACIDEZ (NO ACREDITADO) *MUESTRAS:(01) Salsa de tomate	CERPER	S/ 32.50	-	1	S/ 32.50	CERPER	3 DIAS UTILES	Se esta escogiendo este laboratorio por tener una mayor confiabilidad en sus resultados, así mismo se encuentra acreditado
Creado : Diciembre 2013						Creado por: Celina Bazán López		