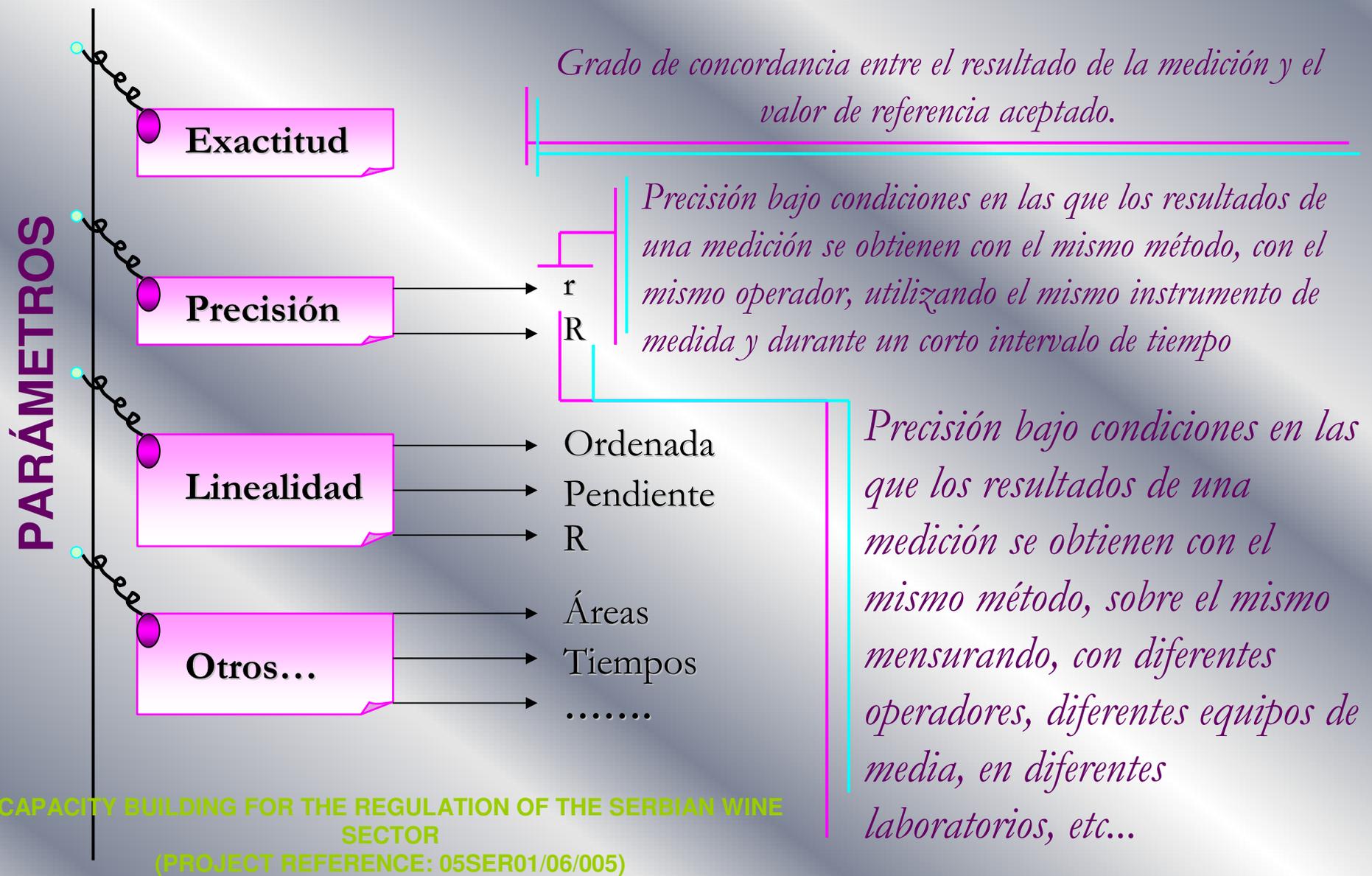


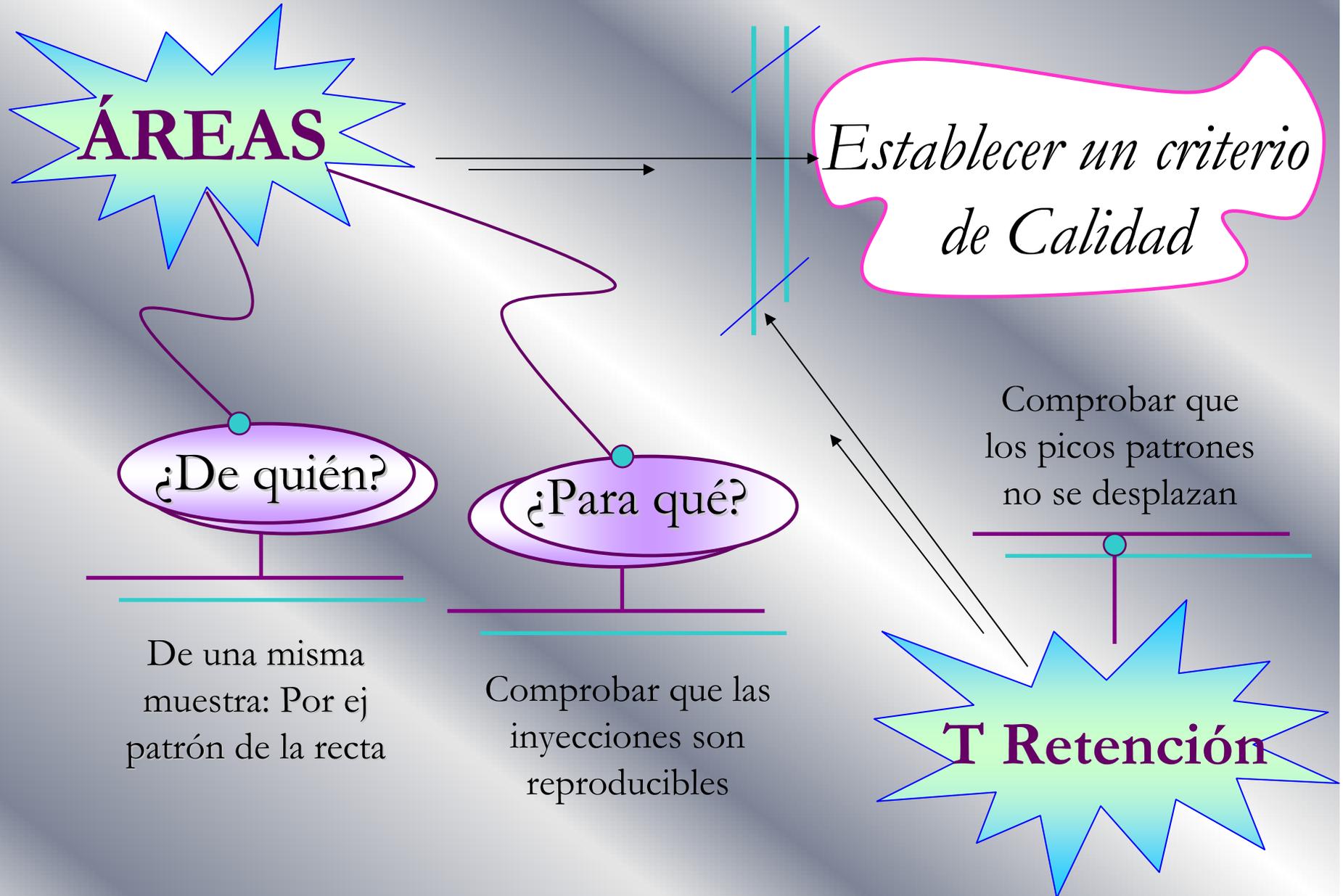
ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS



CAPACITY BUILDING FOR THE REGULATION OF THE SERBIAN WINE SECTOR
(PROJECT REFERENCE: 05SER01/06/005)

Presentación a los laboratorios oficiales

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS



ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS

ESTACIÓN ENOLÓGICA DE HARO	CONTROL DE CALIDAD A LAS ÁREAS DEL MÉTODO Q-10 METANOL	Formato: POC-06/04 Q-10 10-12-2003
Criterio:	La diferencia en valor absoluto entre el área máxima y el área mínima no debe ser superior al 10% del promedio de las áreas.	
Fecha	METANOL	ANALISTA
02/04/08	59427	
	63675	
	59670	
	CUMPLE	
07/04/08	51355	
	52454	
	53297	
	CUMPLE	
08/04/08	52736	
	51560	
	53504	
	CUMPLE	

CRITERIO

$$|A_{MAX} - A_{MIN}| \leq 0.10 * \frac{\left(\sum_i^n A_i\right)}{n}$$

Áreas análisis

Día del análisis

Áreas

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS

ESTACIÓN ENOLÓGICA DE HARO	CONTROL DE CALIDAD A LOS TIEMPOS DE RETENCIÓN DEL MÉTODO Q-10 METANOL	Formato: POC-06/04 Q-10 10-12-2003
Criterio:	La diferencia en valor absoluto entre el tiempo máximo y el tiempo mínimo no debe ser superior al 5% del promedio de los tiempos.	
Fecha	METANOL	Analista
02/04/08	3.04	
	3.04	
	3.03	
	CUMPLE	
04/04/08	3.03	
	3.03	
	3.03	
	CUMPLE	
07/04/08	3.05	
	3.04	
	3.04	
	CUMPLE	

CRITERIO

$$|T_{RMAX} - T_{RMIN}| \leq 0.05 * \frac{\left(\sum_i^n T_{Ri} \right)}{n}$$

Tiempo Retención

Día del análisis

Tiempo de Retención

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS

ESTACIÓN ENOLÓGICA DE HARO	CONTROL DE CALIDAD A LA RECTA DE CALIBRADO DEL MÉTODO Q10 METANOL	Formato POC-06\04-Q-10- 22-10-07
-----------------------------------	--	-------------------------------------

FECHA	Introducir Valor análisis patrones de calibración	Concentración	Pendiente
	23	25	1.00
	19	25	
	28	25	
	120	123	
	122	123	
	133	123	
	241	245	
	227	245	
	264	245	

	Criterio	
	Min	Max
Pendiente	0.94	1.05
Ordenada	-9.61	7.53
R	>0.99	

Fecha	Pendiente	Ordenada	R
31/03/2008	1.0000	-8.53E-14	0.9979
02/04/2008	1.0000	-2.84E-14	0.9981

Resultado Pendiente	Resultado Ordenada	Resultado R
CORRECTO	CORRECTO	CORRECTO
CORRECTO	CORRECTO	CORRECTO

Criterio obtenido en la Validación del método.

Intervalo confianza a y b

Recta de Calibración

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS

ESTACIÓN ENOLÓGICA DE HARO	CONTROL DE CALIDAD A LA PRECISIÓN DE MÉTODO Q-10 METANOL	Formato POC-06\04 -Q-10-22-10-07
----------------------------	--	-------------------------------------

Repetibilidad

Metanol	mg/l		Criterio
			r
Rango1	22	92	4
Rango2	92	114	11
Rango3	114	235	16
Rango 4			
Rango 5			
	Causa1	Causa2	
No cumple	Criterio	Fuera de rango	

Fecha	Codigo	Rep1	Rep2	Resultado
31/03/08		178	174	cumple
02/04/08		163	151	cumple

Reproducibilidad

Metanol	mg/l		Criterio
			R
Rango1	22	92	7
Rango2	92	114	12
Rango3	114	235	16
Rango 4			
Rango 5			
	Causa1	Causa2	
No cumple	Criterio	Fuera de rango	

Fecha	Codigo	Rep1	Rep2	Resultado
02 y 07/04/2008	MR-AA-024-08	194	193	cumple
08 y 10/04/2008	MR-AA-023-08	21	22	cumple

Criterios obtenidos en la Validación del método

r y R

Precisión

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS

ESTACIÓN ENOLÓGICA DE HARO	CONTROL DE CALIDAD A LA EXACTITUD DEL MÉTDO Q-10 METANOL	Formato: POC-06\04- Q-10-22-10- 07
-----------------------------------	---	---

Exactitud

Metanol	mg/l		Criterio
Rango1	22	92	7
Rango2	92	114	12
Rango3	114	235	16
Rango 4			
Rango 5			
	Causa1	Causa2	
<i>No cumple</i>	Criterio	Fuera de rango	

Fecha	Codigo	Valor MR	Resultado Análisis	Resultado
31/03/08	MR-AA-023-08	22	25	cumple
31/03/08	MR-AA-023-08	22	24	cumple
31/03/08	MR-AA-024-08	208	203	cumple
31/03/08	MR-AA-024-08	208	193	cumple

Criterios obtenidos en la Validación del método **I**

Exactitud

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS

ESTACIÓN ENOLÓGICA DE HARO	CONTROL DE CALIDAD A LA EXACTITUD DEL MÉTDO Q-10 METANOL	Formato: POC-06\04- Q-10-22-10- 07
-----------------------------------	---	---

Exactitud

Metanol	mg/l		Criterio
Rango1	22	92	7
Rango2	92	114	12
Rango3	114	235	16
Rango 4			
Rango 5			
	Causa1	Causa2	
<i>No cumple</i>	Criterio	Fuera de rango	

Fecha	Codigo	Valor MR	Resultado Análisis	Resultado
31/03/08	MR-AA-023-08	22	25	cumple
31/03/08	MR-AA-023-08	22	24	cumple
31/03/08	MR-AA-024-08	208	203	cumple
31/03/08	MR-AA-024-08	208	193	cumple

Criterios obtenidos en la Validación del método **I**

Exactitud

EQUIPOS: PLANES O PROGRAMAS

PLAN CALIBRACIÓN

PLAN MANTENIMIENTO

Código	última calibración/mantenimiento	próxima calibración/mantenimiento
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Firma y fecha aprobación



EQUIPOS: CROMATÓGRAFOS

• MANTENIMIENTO



BOMBAS

**LAVADO
SISTEMA Y
CÉLULA**

FILTROS

LYNER /SEPTUM

• VERIFICACIÓN



INYECTOR

COLUMNA

HORNO

CAUDAL

CROMATÓGRAFOS: mantenimiento y verificación

MANTENIMIENTO

HPLC

LAVADO CÉLULA

- 1°.- eliminar solventes residuales.
- 2°.- bombear Isopropanol aprox 20 ml.
- 3°.- conectar tubo de la bomba a la entrada de la célula de flujo
- 4°.- conectar la salida de la célula de flujo al deshecho.
- 5°.- flujo de 3 ml/min. y bombear (cada uno 5 minutos). No exceder el límite de 2000 psi en la célula de flujo:

Agua Milli-Q

Solución de Hidróxido de Amonio al 10%

Agua Milli-Q

Solución de Acido Nítrico al 20%

Agua Milli-Q

- 6°.- A continuación bombear Isopropanol para preparar el sistema.

BOMBAS >70h apagado, dejar con solvente

LAVADO pasar por todo el sistema los disolventes y a continuación agua durante un tiempo determinado.

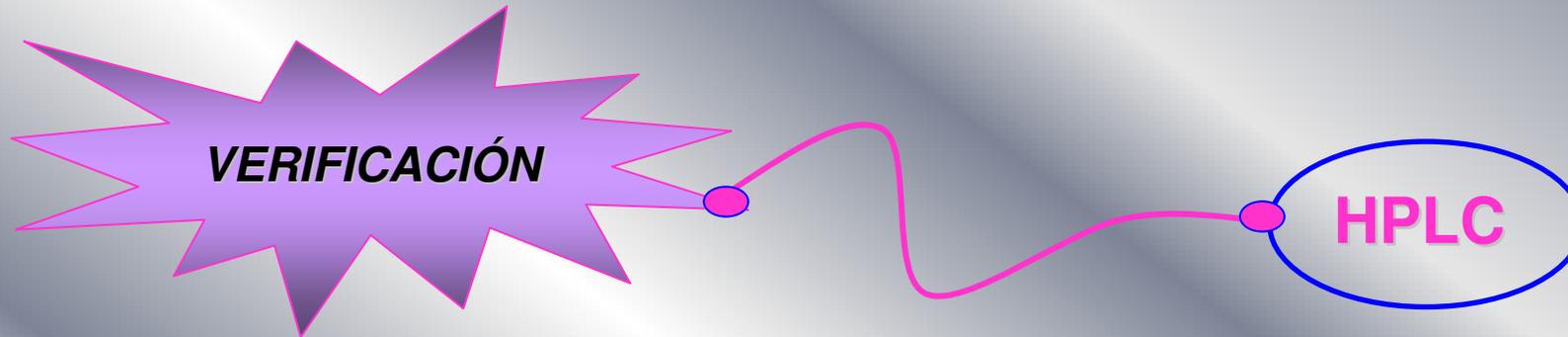
FILTROS

1°.-Limpiarlos antes del uso, ponerlos en un vaso con Agua Milli-Q y unas gotas de nítrico, llevarlo al baño de ultrasonido y conectar el baño durante 10 minutos.

2°.- Lavarlos con Agua Milli-Q

3°.- Conectarlos a una corriente de aire seco o helio que fluya en sentido contrario a la del flujo usual

CROMATÓGRAFOS: mantenimiento y verificación



Verificación : E, R del caudal de la bomba

probeta graduada a la entrada de la columna y medir n° ml/min

$$\text{ValorMedio} = \frac{\sum \text{lecturas}}{10}$$

$$\%C.V = \frac{\text{DesviacionStandard}}{\text{ValorMedio}} 100$$

CRITERIO
Valor nominal +/-5%
% C.V. = < 2%

Verificación de la Linealidad del Inyector

Inyectar el patrón 5 µl .
Repetir 4 veces mas, con 10, 15, 20 y 25 µ l

CRITERIO
Correlación r > 0.98