


aoxlab	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

Procedimiento de ensayo de determinación de Vitamina C por HPLC/UV.




AOXLAB S.A.S.


	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

DOCUMENTO CONTROLADO

PROC-TC-035 Procedimiento de ensayo de determinación de Vitamina C por HPLC/UV.


Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	M. Carmen Domínguez	Analista de laboratorio		2023-06-15
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Directora calidad		2023-06-21
Aprobó:	Dario Pardo Pardo	Director Técnico		2023-06-21
Localización del documento:		http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/		

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10


Control de Cambios

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2018-12-28	1	Ninguno (versión original).	EAA	WFRP	YELP
Obsoleto	2021-01-15	2	Desarrollo: instrucciones de ensayo, resultados, aseguramiento de la calidad.	MLC	DPP	YELP
Obsoleto	2022-06-21	3	Se actualiza formato y se ajustan requerimientos faltantes del método de referencia	JCPZ	DPP	YELP
Vigente	2023-07-10	4	Se actualizan los criterios de calidad del método	MCDG	DPP	YELP


	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

ÍNDICE

1. OBJETIVO Y ALCANCE.....	6
1.1 Objetivo.....	6
1.2 Alcance.....	6
2 DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	7
2.1 Definiciones.....	7
2.2 Notaciones.....	7
3 REFERENCIAS.....	8
4 DESARROLLO.....	9
4.1 CONDICIONES GENERALES.....	9
4.1.1 Revisión general.....	9
4.1.2 Estabilización.....	9
4.1.3 Verificación de equipos.....	9
4.1.4 Manejo de la muestra.....	10
4.1.5 Medidas de seguridad.....	11
4.2 INSTRUCCIONES DE ENSAYO.....	11
4.2.1 Patrones y equipos de medición.....	11
4.2.1.1 Equipos de medición.....	11
4.2.1.2 Materiales y consumibles.....	11
4.2.1.3 Reactivos y soluciones.....	11
4.2.2 Preparación de soluciones.....	12
4.2.2.1 Solución buffer fosfato pH=3.0.....	12
4.2.2.2 Solución EDTA al 0,2%.....	12
4.2.2.3 Solución ácido meta fosfórico al 3,0%.....	12
4.2.2.4 Solución ácido meta fosfórico al 6,0%.....	12
4.2.2.5 Solución stock vitamina C 1250 mg/L.....	12
4.2.2.6 Curva de calibración nivel alto.....	12
4.2.2.6.1 Estándar 20 mg/L.....	12
4.2.2.6.2 Estándar 15 mg/L.....	12
4.2.2.6.3 Estándar 10 mg/L:.....	13
4.2.2.6.4 Estándar 5 mg/L.....	13
4.2.2.6.5 Estándar 4 mg/L:.....	13
4.2.2.6.6 Estándar 3 mg/L:.....	13
4.2.2.7 Curva de calibración nivel bajo.....	13

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

4.2.2.7.1	Estándar 5 mg/L:	13
4.2.2.7.2	Estándar 4 mg/L:	13
4.2.2.7.3	Estándar 3 mg/L:	13
4.2.2.7.4	Estándar 2 mg/L:	14
4.2.2.7.5	Estándar 1 mg/L:	14
4.2.2.7.6	Estándar 0,2 mg/L:	14
4.2.3	Preparación de la muestra	14
4.2.3.1	Muestras sólidas y líquidas	14
4.2.4	Condiciones cromatográficas	14
4.2.5	Calibración	15
4.3	INFORME	15
4.4	CONTROL DE LA CALIDAD	16
5	RESPONSABILIDADES	17
5.1	Director técnico	17
5.2	Director de Calidad	17
5.3	Líder de Laboratorio	17
5.4	Analista	17
6	FORMATOS RELACIONADOS	18
7	ANEXOS	18

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar el ensayo de determinación de vitamina C de acuerdo con las directrices establecidas en el método de referencia AOAC 2012.21 [2] y los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017 [1].


El método es apropiado para el análisis de diferentes formas de vitamina C como ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$) o proveniente de ascorbato de sodio ($C_6H_7NaO_6$) y ascorbato de calcio di hidrato ($C_{12}H_{14}CaO_{12} \cdot 2H_2O$) o sus mezclas.

1.2 Alcance.

Prueba o ensayo	Norma o método de referencia	Técnica o Método
Determinación de Vitamina C	AOAC 2012.21	Cromatografía Líquida de Alta Resolución (HPLC) con detección ultravioleta

Este método es aplicable a las siguientes matrices:

- Leche y productos lácteos
- Cacao y derivados
- Café y productos derivados

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

2 DEFINICIONES Y NOTACIONES.

2.1 Definiciones.

Documento [3].

Información y su medio de soporte.

Ensayo/prueba [3].

Determinación de una o más características de acuerdo con un procedimiento.

Procedimiento [3].

Forma especificada para llevar a cabo una actividad o un proceso.

Calibración [4].

Operación que, bajo condiciones especificadas, en un primer paso, establece una relación entre los valores de las magnitudes con su incertidumbre de medición provista por patrones de medición y las indicaciones correspondientes con incertidumbres de medición asociadas y, en segundo paso, usa esta información para establecer una relación para obtener un resultado de medición de una indicación.

Vitamina C [6].

El ácido L-ascórbico se encuentra en todos los tejidos vivos como un importante compuesto redox del metabolismo celular. En la luz UV, el ácido ascórbico en una solución fuertemente ácida muestra una absorción máxima a ca. 245 nm.


2.2 Notaciones.

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

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


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

“**Ítem**”: se refiere a los objetos o materiales bajo ensayo.

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

3 REFERENCIAS.

- [1] ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories / Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [2] AOAC Official Method 2012.21, Vitamin C in Infant Formula and Adult/Pediatric Nutritional Formula Ed. 22 (2023)
- [3] ISO 9000:2015 Quality management systems – Fundamentals and vocabulary/ Sistemas de gestión de la calidad- Fundamentos y vocabulario.
- [4] VIM: 2012, International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms.
- [5] ISO/IEC 17000:2020 Conformity assessment – Vocabulary and general principles.
- [6] Schüep, W. (1997). Análisis de vitaminas en alimentos. In: Producción y manejo de datos de composición química de alimentos en nutrición, 1st ed. Santiago de Chile: Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO), p. 225-226
- [7] USP 43 Capítulos generales <580> Método II procedimiento 1.

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

4 DESARROLLO

Para realizar el ensayo se utilizan los siguientes equipos:

Equipos
Cromatógrafo Líquido de Alta Resolución (HPLC)
Balanza analítica con resolución de 0.1 mg
Titulador potenciométrico calibrado
Vortex Mixer
Bomba de vacío
Destilador de agua

4.1 CONDICIONES GENERALES

4.1.1 Revisión general.

Al recibirse la muestra en el Laboratorio, ésta es inspeccionada con el fin de verificar que las condiciones de cantidad, empaque y preservación se mantienen, conforme lo indicado en el procedimiento PROC-TC-008 "Procedimiento de aseguramiento de integridad de los ítems bajo servicio".

Antes de iniciar el análisis, se debe verificar que se cuenta con mínimo 50 gramos de muestra para realizar este análisis.

En caso de que la muestra no presente alguna de estas condiciones, informar de inmediato al líder comercial a través del Líder de laboratorio.


4.1.2 Estabilización.

Los ítems de ensayo, patrones y controles de calidad deben atemperarse con suficiente antelación de tal manera que se encuentren en equilibrio térmico con el ambiente en el cual se ejecutarán los ensayos.

La balanza analítica y otros equipos electrónicos que realicen mediciones de alguna magnitud correspondiente a condiciones de influencia en la ejecución del ensayo deben encenderse por lo menos media hora antes de su uso. Así mismo, el cromatógrafo líquido de alta resolución debe encenderse, adecuarse y ajustarse a los parámetros de medida, acondicionando el sistema al menos 30 minutos antes de iniciar la corrida cromatográfica. a fin de lograr su operación óptima o estabilización térmica.

4.1.3 Verificación de equipos.

Antes de iniciar el ensayo, debe verificarse que el estado de funcionamiento de los equipos sea adecuado. Esto puede llevarse a cabo revisando que cuenten con la etiqueta de mantenimiento vigente y que estos no tengan alguna etiqueta que lo identifique

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

como “Fuera de servicio”. Además, en el caso en el cual se lleve el control de uso, deben registrarse los últimos registros consignados en el formato FOR-TC-017, con el propósito de verificar que no se han registrado fallas en el funcionamiento. Si algún equipo es utilizado para la medición de alguna magnitud de influencia en el ensayo, este debe estar calibrado. Por tanto, se debe verificar la etiqueta de calibración adherida a este, y comprobar que se encuentre vigente.

Así mismo, debe verificarse que se haya realizado y registrado la verificación diaria de la balanza analítica en el formato FOR-TC-005.

Además de lo anterior, debe verificarse la fecha de expiración de los patrones, materiales de referencia y controles de calidad empleados en el ensayo con el fin de evitar el uso de materiales vencidos. Verificar que todos los reactivos preparados en el laboratorio al momento de realizar el ensayo o los que se encontraban almacenados se encuentren identificados conforme al formato FOR-TC-024 “Formato para rotular reactivos elaborados en el laboratorio”. En caso de que se encuentre alguna anomalía al respecto, avisar a la Dirección Técnica a través del Líder de Laboratorio.


4.1.4 Manejo de la muestra.

Durante el almacenamiento y ensayo de la muestra, esta debe permanecer herméticamente cerrada, con el fin de no alterar la humedad original que contiene la muestra durante estas actividades. La identificación, manejo, transporte, almacenamiento y descarte de la muestra, deben realizarse de acuerdo con los lineamientos establecidos en el procedimiento PROC-TC-008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio.

Sí la muestra es líquida, mezclar hasta homogeneidad aparente mediante agitación magnética, minimizar en la medida de lo posible la producción de espuma, con la ayuda de un gotero o una pipeta tomar la cantidad necesaria de muestra, mientras se continúa con la agitación.

Sí la muestra es sólida, moler o triturar en su totalidad hasta homogeneidad aparente, y realizar un cuarteo atendiendo los siguientes pasos:

- Colocar la muestra previamente homogeneizada sobre una superficie lisa, limpia y seca, donde no existan corrientes de aire fuertes.
- Limpiar los instrumentos a utilizar (espátula o cuchara).
- Mezclar la muestra echando repetidas veces el material de los bordes hacia el centro.
- Juntar todo el material dándole forma circular con espesor uniforme.
- Dividir el material en cuatro sectores iguales.
- Eliminar los sectores opuestos quedando la masa del material reducida a la mitad.
- Mezclar los dos sectores restantes echando repetidas veces el material de los bordes hacia el centro.

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

Tomar en cuenta las siguientes precauciones para la preparación de la muestra:

- Muestras líquidas deben analizarse inmediatamente abierto el envase, y garantizar un adecuado sellado de la muestra para posteriores reanálisis. Preparaciones de la muestra deben completarse en no más de 20 minutos después de abierto el envase.
- Una vez preparadas las muestras estas se pueden emplear hasta por 18 horas, una vez transcurrido este tiempo las muestras deben ser descartadas y deben ser preparadas nuevamente.

NOTA: es importante evitar la exposición de la muestra a la luz y alta temperatura.

4.1.5 Medidas de seguridad.

Durante el análisis se deben seguir el procedimiento aquí descrito sin modificar u omitir ningún paso.

Tener en cuenta las instrucciones dadas en el reglamento interno de trabajo PROC-GC-015 Reglamento Interno AOXLAB S.A.S, capítulo XIII.

4.2 INSTRUCCIONES DE ENSAYO.

4.2.1 Patrones y equipos de medición

4.2.1.1 Equipos de medición


- Cromatógrafo Líquido de Alta Resolución (HPLC)
- Columna C18 - 25 cm x 4,6 mm ID, 5µm
- Balanza analítica con resolución de 0.1 mg
- Titulador potenciométrico
- Micropipetas de 1000 µL, 200 µL y 10 mL
- Vortex mixer

4.2.1.2 Materiales y consumibles

- Micro espátula metálica
- Balones ámbar aforados de 25 mL y 50 mL
- Pipeta volumétrica 5 mL
- Tubo falcón 50 mL
- Beaker de 1000 mL
- Puntas para micropipeta de 1000 µL, 200 µL y 10 mL
- Viales ámbar de 2 mL con tapa
- Jeringas desechables de 5 mL
- Microfiltros desechables de 0.22 µm

4.2.1.3 Reactivos y soluciones

- Fosfato monobásico de sodio
- EDTA (ácido etilendiaminotetraacético disódico di hidratado)
- Ácido fosfórico 85%

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

- Ácido meta fosfórico
- Estándar de vitamina C, >99%
- Agua purificada tipo I
- Metanol

4.2.2 Preparación de soluciones

4.2.2.1 Solución buffer fosfato pH=3.0

Pesar 3,5994 g de fosfato monobásico de sodio y diluir en aproximadamente 800 mL de agua. Ajustar con ácido fosfórico a un pH de 3,0 utilizando un potenciómetro. Diluir a 1000 mL con agua tipo I.

4.2.2.2 Solución EDTA al 0,2%

Pesar 0,2 g de ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) disódico di hidratado, disolver y llevar a volumen de 100 mL con agua tipo I.

4.2.2.3 Solución ácido meta fosfórico al 3,0%

En un balón volumétrico de 100 mL, pesar 3,0g de ácido meta fosfórico, disolver y llevar a volumen con agua tipo I

4.2.2.4 Solución ácido meta fosfórico al 6,0%

En un balón volumétrico de 100 mL, pesar 6,0g de ácido meta fosfórico, disolver y llevar a volumen con agua tipo I

4.2.2.5 Solución stock vitamina C 1250 mg/L

En un balón volumétrico de 25mL, pesar 31,3 mg de estándar de vitamina C. disolver y llevar a volumen con solución de ácido meta fosfórico al 3% (4.2.2.3)

4.2.2.6 Curva de calibración nivel alto


Se emplea para cuantificar muestras en donde la cantidad declarada de vitamina C se encuentre en el intervalo de 15,0 mg/100g – 250,0 mg/100g.

4.2.2.6.1 Estándar 20 mg/L

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 800 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada.

4.2.2.6.2 Estándar 15 mg/L

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 600 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada.

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

4.2.2.6.3 Estándar 10 mg/L:

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 400 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada.

4.2.2.6.4 Estándar 5 mg/L

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 200 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada.

4.2.2.6.5 Estándar 4 mg/L:

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 160 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada.

4.2.2.6.6 Estándar 3 mg/L:

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 120 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada.

4.2.2.7 Curva de calibración nivel bajo

Se emplea para cuantificar muestras en donde la cantidad declarada de vitamina C se encuentre en el intervalo de 1,0 mg/100g – 25 mg/100g.

4.2.2.7.1 Estándar 5 mg/L:


En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 200 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada tipo I.

4.2.2.7.2 Estándar 4 mg/L:

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 160 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada tipo I.

4.2.2.7.3 Estándar 3 mg/L:

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 120 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada tipo I.

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

4.2.2.7.4 Estándar 2 mg/L:

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 80 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada tipo I.

4.2.2.7.5 Estándar 1 mg/L:

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 40 µL de la solución stock (4.2.2.5), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada tipo I.

4.2.2.7.6 Estándar 0,2 mg/L:

En un balón de 50 mL, adicionar una alícuota de 1 mL de la **solución estándar 10 mg/L** (4.2.2.6.3), adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), llevar a volumen con agua purificada tipo I.

4.2.3 Preparación de la muestra


Cuando la muestra este finalmente homogenizada se procede a realizar la preparación de la solución de prueba como se describe a continuación, al realizar la preparación de muestras y estándar protegerlas de la luz, el calor, y siempre trabajar con protección actínica.

4.2.3.1 Muestras sólidas y líquidas

En un balón volumétrico de 50 mL, pesar 1,0 g de muestra, adicionar 5 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), agitar en vortex durante 10 segundos garantizando dispersión completa, adicionar 5 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), agitar en vortex durante 10 segundos, llevar a volumen de 50 con agua purificada tipo I. Filtrar la solución a través de filtro de 0,22 µm. Para concentraciones que excedan 100 mg/100g de vitamina C, tomar una alícuota de 1 mL de la anterior preparación en un balón volumétrico de 10 mL, adicionar 1 mL de solución EDTA al 0,2% (4.2.2.2), adicionar 1 mL de solución de ácido meta fosfórico al 6% (4.2.2.4), y llevar a volumen con agua purificada tipo I.

4.2.4 Condiciones cromatográficas

- **Modo:** HPLC
- **Detector:** UV 245 nm
- **Columna:** Ascentis C18, 25 cm x 4,6 mm ID, 5 µm
- **Fase móvil:** (gradiente)
 - A: Solución buffer fosfato pH=3,0 (4.2.2.1)
 - C: Metanol (gradiente)

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

Tiempo (minutos)	%A	%C
0,01	98	2
2,5	98	2
3,0	60	40
8,0	60	40
8,5	98	2
15,0	98	2

- **Velocidad de flujo:** 1,0 mL/min
- **Temperatura horno:** 30 °C
- **Volumen de inyección:** 20 µL

4.2.5 Calibración

Generar modelos de regresión lineal en cada intervalo de calibración (alto y bajo) relacionando la concentración (mg/L) y el área del pico de vitamina C directamente desde el software labsolutions. El coeficiente de correlación R debe ser mayor a 0.999

Verificar la calibración del instrumento con un estándar recientemente preparado a concentración de 4 mg/L (4.2.2.7.2)

Calibrar el instrumento cada 6 meses o según necesidad (No cumplimiento del estándar de verificación, intervenciones de mantenimiento, cambio de consumibles, entre otros)

4.3 INFORME

Los datos primarios serán registrados en el formato FOR-TC- 138 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de vitamina C"

Los resultados cromatográficos son registrados en el cuadro de mando de Excel del laboratorio para análisis de vitamina C, SOFT-TC-043 "Cuadro de mando para el ensayo de Vitamina C", en la ruta de acceso \laboratorio\REGISTROS\REGISTROS RT.

Los resultados se analizan de la siguiente manera:


$$\text{Resultado} \left(\frac{\text{mg}}{100\text{g ó mL}} \right) = C \times \frac{0,05 \text{ L}}{W} \times FD \times F \times 100$$

Donde:

C = Concentración de vitamina en la solución muestra estimada a partir del modelo de regresión del software labsolutions (mg/L)

W = Peso de la muestra (g)

FD = Factor de dilución de la muestra

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

F = Factor adicional según se requiera para el cambio de unidades.

Los resultados obtenidos en el cuadro de mando y expresados con dos decimales son ingresados por el analista en el software analítica en el módulo Resultados del área análisis instrumental.


Además del resultado, debe consignarse los criterios de cumplimiento, CUMPLE / NO CUMPLE basados en la normativa vigente si esta aplica.

4.4 CONTROL DE LA CALIDAD

El tipo, periodicidad y criterios de aceptación para los resultados obtenidos de los ensayos para el control de calidad se resumen en la tabla siguiente:

CONTROL	PERIODICIDAD	CRITERIO
Verificación de la contaminación de los reactivos (Blanco de reactivos)	En cada lote de ensayo	No deben aparecer picos cuantificables en los tiempos de retención de vitamina C.
Duplicado por matriz	Cada que se realiza el ensayo	RPD <10%
Aptitud del sistema: <ul style="list-style-type: none"> Estándar de 4 mg/L (4.2.2.7.2) 	Cada que se realiza el ensayo. <ul style="list-style-type: none"> Realizar 6 inyecciones al inicio de la corrida y una al final 	El coeficiente de variación obtenido entre las réplicas debe ser menor o igual al 5%.
Recuperación	Cada que se realiza el ensayo	80%<R<120%
Participación en Interlaboratorios (Rotación de matriz)	Anual	Debe obtenerse una calificación satisfactoria en la participación

El seguimiento de los resultados obtenidos del control de calidad listado en la tabla control debe realizarse y analizarse mediante el uso de cartas control, de acuerdo con los lineamientos establecidos en el procedimiento PROC-TC-077.

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

5 RESPONSABILIDADES.

5.1 Director técnico.

- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Revisar y aprobar los informes técnicos una vez han sido revisados por el Líder de Laboratorio.
- Asesorar y orientar los analistas en la resolución de dudas e inconvenientes surgidos durante el desarrollo de los ensayos.
- Realizar o revisar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método y autorizar las indicaciones a seguir.
- Establecer los casos en los cuales se realiza la retención de muestras.

5.2 Director de Calidad.


- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Realizar y registrar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método.
- Revisar los resultados obtenidos del aseguramiento de calidad del método.
- Archivar los registros técnicos relacionados con los ensayos.

5.3 Líder de Laboratorio.

- Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado.
- Revisar los resultados ingresados por el analista, haciendo seguimiento de la trazabilidad del análisis (Cuadros de mando, formato de solicitud de servicio y salvaguardia de muestras, formatos de datos primarios) antes de enviar el informe final al director técnico.
- Realizar la revisión de resultados teniendo en cuenta la normativa vigente si esta aplica.
- Informar al director técnico las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.
- Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al líder de calidad y al director técnico.
- Informar los casos en los que se deben de retener las muestras.
- Supervisar el cumplimiento de las actividades de aseguramiento de calidad.

5.4 Analista.

- Seguir todas las instrucciones establecidas en este procedimiento y en el reglamento del laboratorio.
- Ingresar y entregar todos los resultados en los tiempos pactados.

	Procedimiento de ensayo determinación de Vitamina C por HPLC/UV AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-035
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-10

- Entregar formatos de datos primarios completamente diligenciados al líder del laboratorio.
- Realizar revisión de datos primarios y cálculos realizados en los cuadros de mandos, informar al líder del laboratorio en caso de observar alguna desviación en los resultados obtenidos teniendo en cuenta las cartas control.
- Registrar los resultados de los ensayos de control de calidad y hacer el análisis de tendencias de estos.
- Realizar el análisis de los resultados de control de calidad de acuerdo con el procedimiento PROC-TC-077.
- Realizar la revisión de resultados teniendo en cuenta la normativa vigente si esta aplica.
- Informar al líder de laboratorio las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.
- Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al líder del laboratorio.
- Informar cualquier incidente que suceda durante la realización del método.
- Revisar que los equipos usados en el desarrollo del método tengan mantenimiento, calibración y/o verificación vigente, de acuerdo con el programa de mantenimiento y calibración.

6 FORMATOS RELACIONADOS.

FOR-TC- 138 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de vitamina C"

SOFT-TC-043 "Cuadro de mando para el ensayo de Vitamina C"

7 ANEXOS

No Aplica