


aoxlab	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α -, β -, γ -, δ - Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

Procedimiento de ensayo de Determinación de Vitamina E (α -, β -, γ -, δ - Tocoferol) en alimentos




AOXLAB S.A.S.


	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

DOCUMENTO CONTROLADO

PROC-TC-160 Procedimiento de ensayo de determinación Vitamina E (α -, β -, γ -, δ - Tocoferol) en alimentos


Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	María Carmen Domínguez	Analista de laboratorio		2023-07-10
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Directora de Calidad		2023-07-11
Aprobó:	Dario Pardo	Director Técnico		2023-07-11
Localización del documento:		http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/		

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11


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	2022-06-28	2	Se actualiza método de referencia y se actualiza formato	JCPZ	DPP	YELP
Obsoleto	2022-07-27	3	Se corrige el volumen de aforo de las extracciones	DPP	APPP	YELP
Vigente	2023-07-11	4	Se actualizan los criterios de control de calidad analítico. Corrección de la fórmula de cálculo de vitamina E.	MCDG	APPP	YELP


	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

ÍNDICE

1.	OBJETIVO Y ALCANCE.....	6
1.1	Objetivo.....	6
1.2	Alcance.....	6
2	DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	6
2.1	Definiciones.....	6
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 de extracción Éter de petróleo : Éter etílico (1:1).....	12
4.2.2.2	Solución sulfato de sodio 5%.....	12
4.2.2.3	Solución KOH 50 g/100 mL para saponificación.....	12
4.2.2.4	Solución Stock α -tocoferol 0,108 mg/mL.....	12
4.2.2.5	Solución Stock β -tocoferol 0,108 mg/mL.....	12
4.2.2.6	Solución Stock γ -tocoferol 0,108 mg/mL.....	12
4.2.2.7	Solución Stock δ -tocoferol 0,108 mg/mL.....	12
4.2.2.8	Solución estándar mezcla de α -, β -, γ -, δ - Tocoferol.....	12
4.2.2.9	Concentración de la solución stock.....	12
4.2.2.10	Curva de calibración.....	14
4.2.3	Preparación de la muestra.....	14
4.2.3.1	Saponificación.....	14
4.2.3.2	Extracción.....	15

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

4.2.3.3	Evaporación y dilución.....	15
4.2.4	Condiciones cromatográficas.....	15
4.2.5	Calibración.....	15
4.2.6	Identificación.....	16
4.3	INFORME.....	16
4.4	CONTROL DE LA CALIDAD.....	17
5	RESPONSABILIDADES.....	18
5.1	Director técnico.....	18
5.2	Director de Calidad.....	18
5.3	Líder de Laboratorio.....	18
5.4	Analista.....	18
6	FORMATOS RELACIONADOS.....	19
7	ANEXOS.....	19

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar el ensayo de determinación de vitamina E (α -, β -, γ -, δ -Tocoferol) de acuerdo con las directrices establecidas en el método de referencia EVS-EN-12822:2014 [2] y los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017 [1].

1.2 Alcance.

Prueba o ensayo	Norma o método de referencia	Técnica o Método
Determinación de Vitamina E (α -, β -, γ -, δ - Tocoferol).	EVS-EN-12822:2014	Cromatografía Líquida de Alta Resolución (HPLC)

Tabla 1. Descripción del método analítico

Este método es aplicable a las siguientes matrices:

- Leche y productos lácteos
- Carnes y productos cárnicos
- Frutas
- Cacao y derivados

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

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

medición asociadas y, en segundo paso, usa esta información para establecer una relación para obtener un resultado de medición de una indicación.

Vitamina E [6].

La vitamina E que se encuentra en la naturaleza abarca una serie de compuestos denominados tocoferoles y tocotrienoles. Estos compuestos tienen diferentes actividades biológicas y por lo tanto es importante que sean cuantificados individualmente si ha de determinarse la actividad biológica de la vitamina E. Entre las fuentes más ricas de vitamina E, están los cereales, germen de cereales y la mayoría de las semillas oleaginosas, nueces y aceites a partir de ellos. La vitamina E también se encuentra en los vegetales con hojas (lechuga, espinaca, repollo, puerro), en la grasa animal y también en la leche, mantequilla y queso. El representante más importante del grupo de la vitamina E es α -tocoferol. En los alimentos procesados, la vitamina E puede ser suplementada como α -tocoferol acetato de α -tocoferol.


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 E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

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] EVS-EN-12822:2014 Foodstuffs - Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography - Measurement of α -, β -, γ - and δ - tocopherol. Eesti standard
- [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. 195.
- [7] Dietary Reference Intakes for vitamin C, vitamin E, selenium, and carotenoids. Institute of Medicine. Nat. Acad. Press, Washington, 2000

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

4 DESARROLLO

Para realizar el ensayo se utilizan los siguientes equipos clave:

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

Tabla 2. Equipos empleados en el análisis

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 E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

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, y 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.

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

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

4.1.5 Medidas de seguridad.

Durante el análisis tener en cuenta que se debe 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 Nucleosil C18 250 x 4,6mm, 5 μ m
- Balanza analítica con resolución de 0.1 mg
- Transferpipetas de 1000 μ L y 10 mL
- Baño María
- Plancha de calentamiento

4.2.1.2 Materiales y consumibles

- Micro espátula metálica
- Tubos falcon 50 mL
- Balones ámbar aforados de 10 mL
- Balón aforado de 100 mL
- Beaker de 250 mL
- Probeta de 50 mL y 100 mL
- Embudos de separación de 250 mL
- Puntas para micropipeta de 1000 μ L y 10 mL
- Pipetas aforadas de 15 mL
- Viales ámbar de 2 mL con tapa
- Jeringas desechables de 5 mL
- Microfiltros desechables de 0.22 μ m

4.2.1.3 Reactivos y soluciones

- Metanol (CH_3OH)
- Sulfato de Sodio anhidro (Na_2SO_4)
- Hidróxido de potasio (KOH)
- Ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)
- Pirogalol ($\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_3$)
- Éter de petróleo

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

- Éter etílico
- α-tocoferol, $M(C_{29}H_{50}O_2) = 430,7 \text{ g/mol}$
- β-tocoferol, $M(C_{28}H_{48}O_2) = 416,7 \text{ g/mol}$
- γ-tocoferol, $M(C_{28}H_{48}O_2) = 416,7 \text{ g/mol}$
- δ-tocoferol, $M(C_{27}H_{46}O_2) = 402,6 \text{ g/mol}$

4.2.2 Preparación de soluciones

4.2.2.1 Solución de extracción Éter de petróleo : Éter etílico (1:1)

Preparar una mezcla de solventes para extracción que contenga 100 mL éter de petróleo y 100 mL de éter etílico.

4.2.2.2 Solución sulfato de sodio 5%

Pesar 5 g de sulfato de sodio anhidro, solubilizar en 50 mL de agua purificada y llevar a volumen de 100 mL con agua purificada.

4.2.2.3 Solución KOH 50 g/100 mL para saponificación

Pesar 50 g de KOH y llevar a 100 mL con agua tipo I.

4.2.2.4 Solución Stock α-tocoferol 0,108 mg/mL

Pesar 10,8 mg de estándar de α-tocoferol y diluir a 100 mL en balón ámbar usando metanol.

4.2.2.5 Solución Stock β -tocoferol 0,108 mg/mL

Pesar 10,8 mg de estándar de β-tocoferol y diluir a 100 mL en balón ámbar usando metanol.

4.2.2.6 Solución Stock γ -tocoferol 0,108 mg/mL

Pesar 10,8 mg de estándar de γ-tocoferol y diluir a 100 mL en balón ámbar usando metanol.


4.2.2.7 Solución Stock δ-tocoferol 0,108 mg/mL

Pesar 10,8 mg de estándar de δ-tocoferol y diluir a 100 mL en balón ámbar usando metanol.

4.2.2.8 Solución estándar mezcla de α-, β-, γ-, δ- Tocoferol

Medir 5 mL de cada solución stock de α-, β-, γ-, δ- Tocoferol y diluir a 25 mL en balón ámbar usando metanol.

4.2.2.9 Concentración de la solución stock

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

Medir la absorbancia de las soluciones stock empleando un espectrofotómetro UV a las longitudes de onda descritas en la tabla 3. Calcular la concentración de la solución stock en mg/L con la siguiente formula:


$$\frac{mg}{L} = \frac{A \times M \times 1000}{\epsilon}$$

Donde:

A: Absorbancia de la solución stock en metanol

M: masa molar del tocoferol según tabla 3. (g/mol)

ε: Coeficiente de absorción molar en metanol según tabla 3. (l/mol x cm)

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

Substancia	Longitud de onda (nm)	Masa molar (g/mol)	ϵ (l/mol x cm)
α -Tocoferol	292	430,7	3273,3
β -Tocoferol	296	416,7	3708,6
γ -Tocoferol	298	416,7	3782
δ -Tocoferol	298	402,6	3502,6

Tabla 3. Valores para cálculos de concentración en solución stock

Además del valor de α -tocoferol obtenido a una longitud de onda de 292 nm, debe medirse también la absorbancia a 255 nm. La relación Abs 255nm/Abs 292nm no debe superar el valor de 0,18. En caso contrario, la sustancia se ha degradado

4.2.2.10 Curva de calibración

4.2.2.10.1 Estándar 10 mg/L: En un balón de 10 mL, adicionar una alícuota de 5 mL del estándar mezcla, llevar a volumen con metanol.

4.2.2.10.2 Estándar 8 mg/L: En un balón de 25 mL, adicionar una alícuota de 10 mL del estándar mezcla, llevar a volumen con metanol.

4.2.2.10.3 Estándar 6 mg/L: En un balón de 10 mL, adicionar una alícuota de 3 mL del estándar mezcla, llevar a volumen con metanol

4.2.2.10.4 Estándar 4 mg/L: En un balón de 10 mL, adicionar una alícuota de 2 mL del estándar mezcla, llevar a volumen con metanol

4.2.2.10.5 Estándar 2 mg/L: En un balón de 10 mL, adicionar una alícuota de 1 mL del estándar mezcla, llevar a volumen con metanol


4.2.2.10.6 Estándar 1 mg/L: En un balón de 20 mL, adicionar una alícuota de 1 mL del estándar mezcla, llevar a volumen con metanol

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:

4.2.3.1 Saponificación

- Pesar 2 gramos de muestra en un tubo falcón de 50 mL.
- Adicionar 50 mg de pirogalol y 0,25 g de ácido ascórbico
- Adicionar 20 mL de metanol, agitar en vortex durante 30 segundos
- Adicionar 5 mL de solución de KOH 50 g/100mL, agitar en vortex durante 10 segundos
- Poner la muestra en baño maría a 80°C durante 45 minutos
- Transcurrido el tiempo enfriar inmediatamente a temperatura ambiente empleando baño de hielo.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

4.2.3.2 Extracción

- Transferir la muestra a un embudo de separación, realizando lavados con 2 porciones de 20 mL de agua purificada
- Adicionar 25 mL de la solución de extracción éter de petróleo : éter etílico 1:1
- Agitar el embudo de separación, dejar reposar y adicionar 1 mL de metanol, esperar hasta que las fases se separen.
- Recolectar la fase orgánica en un recipiente adecuado.
- Repita el proceso de extracción dos veces más con 25 mL de solución de extracción éter de petróleo : éter etílico 1:1 sobre la fase acuosa.

Combinar las fases orgánicas y lavar con dos porciones de 20 mL de solución de sulfato de sodio 5%

Descartar la fase acuosa

Recolectar la fase orgánica en un balón de 100 mL,

Llevar a volumen con solución de extracción éter de petróleo : éter etílico 1:1, adicionar una pequeña cantidad (la punta de una espátula) de sulfato de sodio anhidrido al balón.

4.2.3.3 Evaporación y dilución

- Con ayuda de una pipeta aforada, tomar 15 ml del extracto (V1).
- Evaporar la alícuota mediante flujo de nitrógeno en un baño a 40°C.
- Reconstituir residuo usando un mililitro de metanol (V2).

Filtrar muestra reconstituida en vial ámbar usando filtro de 0.22 μ m.

4.2.4 Condiciones cromatográficas

Modo: HPLC

Detector: UV 292 nm

Columna: Nucleosil C18 250 x 4,6mm, 5 μ m

Fase móvil: Metanol : H₂O (97:3)

Velocidad de flujo: 2.0 mL/min

Temperatura horno: 30 °C

Volumen de inyección: 20 μ L


Tiempo de corrida: 13 minutos

4.2.5 Calibración

Generar el modelo de regresión lineal relacionando la concentración (mg/L) y el área del pico del analito directamente desde el software labsolutions.

Verificar la calibración del instrumento con un estándar recientemente preparado a concentración de 4 mg/L (4.2.2.7.4)

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

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

4.2.6 Identificación

Identificar los tocoferoles por comparación de los tiempos de retención de los picos individuales en los cromatogramas

4.3 INFORME

Los datos serán registrados en el formato FOR-TC- 139 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de vitamina E"

Los resultados cromatográficos son registrados en el cuadro de mando de Excel del laboratorio para análisis de vitamina E, SOFT-TC-045 "Cuadro de mando para el ensayo de Vitamina E", en la ruta de acceso \laboratorio\REGISTROS\REGISTROS RT.

Los resultados se analizan de la siguiente manera:

El área del pico cromatográfico correspondiente a cada analito en los extractos de las muestras es interpolada en la función de calibración en el software Labsolutions, obteniéndose así la concentración de cada compuesto de interés presente en dicho extracto.

Calcular la fracción en masa de α-, β-, γ-, δ- Tocoferol en mg/100g de la muestra:

$$\text{Resultado} \left(\frac{\text{mg}}{100\text{g o } 100\text{mL}} \right) = C \times \frac{0,100 \text{ L}}{W} \times \frac{V2}{V1} \times F \times 100$$

Donde:

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

W = Peso de la muestra (g)

V2 = volumen de dilución (mL)

V1 = volumen alícuota (mL)

FD = Factor de dilución de la muestra

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


Para reportar en unidades de equivalentes de α-Tocoferol (ET), el factor F es igual a: [7]

α-Tocoferol: 1,0

β-Tocoferol: 0,5

γ-Tocoferol: 0,1

δ-Tocoferol: 0,03

	Procedimiento de ensayo Determinación de Vitamina E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

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 presentarse picos cuantificables en los tiempos de retención de los analitos
Duplicado por matriz	Cada que se realiza el ensayo	El coeficiente de variación obtenido debe ser menor o igual al 10%
Aptitud del sistema: Estándar de 4 mg/L	Cada que se realiza el ensayo 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%. % de recuperación entre el 90 y el 110% para el promedio de las inyecciones iniciales y para la inyección final.
Participación en Interlaboratorio (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 E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

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 E (α-, β-, γ-, δ- Tocoferol) AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-160
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2023-07-11

- 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.

SOFT-TC-045 "Cuadro de mando para el ensayo de Vitamina E"

FOR-TC- 139 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de vitamina E"

7 ANEXOS

No Aplica