


aoxlab	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

Procedimiento para la determinación de Homosalato

AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

DOCUMENTO CONTROLADO


PROC-TC-123 Procedimiento para la determinación de Homosalato

Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Marcela Lora Almario	Analista Instrumental	<i>Marcela Lora Almario</i>	2022-06-16
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Directora calidad	<i>Angela PPP.</i>	2022-06-20
Aprobó:	Darío Pardo Pardo	Director Técnico	<i>Dario Pardo</i>	2022-06-20
Localización del documento:		http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/		


Control de Cambios

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Vigente	2023-06-20	1	Ninguno (versión original).	MLA	APPP	DPP

	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

ÍNDICE

1. OBJETIVO Y ALCANCE.....	4
1.1 Objetivo.....	4
1.2 Alcance.....	4
2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	4
2.1 Definiciones.....	4
2.2 Notaciones.....	4
3. REFERENCIAS.....	4
4. DESARROLLO.....	5
4.1 Condiciones generales.....	5
4.1.1 Revisión general.....	5
4.1.2 Estabilización.....	5
4.1.3 Verificación de equipos.....	5
4.1.4 Manejo de la muestra.....	6
4.1.5 Medidas de seguridad.....	6
4.2 INSTRUCCIONES DE ENSAYO.....	6
4.2.1 Patrones y equipos de medición.....	7
4.2.2 Materiales y consumibles.....	7
4.2.3 Reactivos y soluciones.....	7
4.2.4 Solución estándar.....	7
4.2.5 Solución aptitud del sistema.....	7
4.2.6 Solución muestra.....	7
4.2.7. Análisis Cromatográfico.....	7
4.2.9 Control de la calidad.....	9
5. RESPONSABILIDADES.....	10
5.1. Director técnico.....	10
5.2. Director de calidad.....	10
5.3. Líder de Laboratorio.....	10
5.4. Analista.....	10
6. FORMATOS RELACIONADOS.....	11
7. ANEXOS.....	11

	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Describir los pasos necesarios para la determinación de Homosalato de acuerdo con las directrices establecidas en su respectiva monografía USP 2023.

1.2 Alcance.

Prueba o ensayo	Norma o método de referencia	Técnica o método
Determinación de Homosalato	USP NF 2023	Cromatografía de gases con detector FID

Tabla 1. Descripción del método analítico

Este método es aplicable en las siguientes matrices:

- Materias primas.

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 de llevar a cabo una actividad o un proceso.

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.

3. REFERENCIAS.

[1] USP NF 2023 - Monografía Homosalato

	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

4. DESARROLLO.

Para realizar el ensayo se necesitan los siguientes equipos clave:

Equipos.
cromatógrafo Gaseoso con detector FID
Balanza analítica

Tabla 1: Equipos a utilizar

4.1 Condiciones generales

4.1.1 Revisión general


Al recibir 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 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

	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

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-TC008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio. Si 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. Si 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.

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 IX.

4.2 INSTRUCCIONES DE ENSAYO

	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

4.2.1 Patrones y equipos de medición

- Cromatógrafo de gases FID
- Columna Phenomenex ZB-5 (30m x 0.53mm, 1.00um)
- Balanza analítica con resolución de 0,1mg
- Vortex

4.2.2 Materiales y consumibles

- Balones volumétricos de 25mL
- Balones volumétricos de 5mL
- Balones volumétricos de 2mL

4.2.3 Reactivos y soluciones

- Cloroformo (Diluyente)
- Estándar de referencia Homosalato

4.2.4 Solución estándar

Pesar aproximadamente 2 mg con exactitud de 0.1 mg de estándar de Homosalato en un balón volumétrico de 2mL, adicionar 1mL de Diluyente, homogenizar en vortex hasta que el estándar esté completamente disuelto, dejar atemperar y llevar a volumen con Diluyente.

4.2.5 Solución aptitud del sistema

- Para la aptitud del sistema se toma la solución estándar y se inyecta 5 veces sucesivas.
- **Requisitos para la aptitud del sistema.**
 - No mas del 2.0% para la solución estándar.
 - **Resolución:** no menos de 1.0% entre el pico del isómero cis y trans (solución de aptitud del sistema).


4.2.6 Solución muestra

Pesar aproximadamente 25 mg con exactitud de 0.1 mg de la muestra en un balón volumétrico de 5 mL, adicionar 2 mL de Diluyente, homogenizar en vortex hasta que la muestra esté completamente disuelta, dejar atemperar y llevar a volumen con Diluyente.

4.2.7. Análisis Cromatográfico.

Inyectar 1 uL de la solución estándar y las muestras.

Calcular el porcentaje de Homosalato de la solución estándar y solución muestras en la porción de Homosalato tomada.

	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

$$\left(\frac{r_u}{r_s}\right) \times \left(\frac{C_s}{C_u}\right) \times 100$$

r_u = Suma de las respuestas de los picos para los isómeros cis y trans de la solución muestra

r_s = Suma de las respuestas de los picos para isómeros cis y trans de la solución estándar

C_s = concentración del estándar de referencia de Homosalato USP en la solución estándar (mg/mL).

C_u = Concentración del Homosalato en la solución muestra (mg/mL)

4.2.8 Condiciones cromatográficas

Modo de inyección: Split:

Temperatura del inyector: 270°

Temperatura del detector 270°

Gas de arrastre: Helio

Modo de control de flujo: 81,3

Flujo de la columna: 2,17 mL/min

Velocidad lineal: 44,8

Flujo de purga: 3,0


Radio Split: 10,0

Columna: Phenomenex ZB-5 (30m x 0.53mm, 1.00um)

Tiempo de equilibrio: 1.0 min

	Rate	Temperatura	Hold time
0	-	70.0	0.00
1	6.00	220.0	5.00
2	0.00	0.0	0.00
3	0.00	0.0	0.00


Tabla 2. Rampas de temperaturas para la corrida cromatográfica.

	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

4.2.9 Control de la calidad

Control	Periodicidad	Criterio
Verificación de la contaminación de los reactivos (Blanco de reactivos)	En cada lote de ensayo	Realizar corrección a las muestras de los valores obtenidos en el blanco
Duplicado por matriz	Cada que se realiza el ensayo	El coeficiente de variación obtenido debe ser menor o igual al 10%

Tabla 3. Control de calidad analítico

	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

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 resueltos por el Líder de laboratorio.
- Asegurar 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 la 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 debe retener la muestra.
- 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.

	Procedimiento para la determinación de Homosalato AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-123
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2022-06-20

- Ingresar y entregar resultados en los tiempos pactados.
- 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 de los resultados obtenidos teniendo en cuenta las cartas de control.
- Registrar los resultados de los ensayos de control de calidad de acuerdo con el procedimiento PROC-TC-123.
- 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 procedimiento.
- Revisar que los equipos usados en el desarrollo tengan mantenimiento, calibración y/o verificación vigente, de acuerdo con el programa de mantenimiento y calibración.]

6. FORMATOS RELACIONADOS.

[SOFT-TC-121 “Cuadro de mando para la determinación de Homosalato”.

FOR-TC-198 “Formato para el registro de datos primarios para la determinación de Homosalato.”]

7. ANEXOS.

[No aplica.]