


| | | |
|---------------|---|--|
| aoxlab | Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-128 |
| | | Revisión: 1 |
| | | Inicio de vigencia: 2023-10-11 |

Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona

AOXLAB S.A.S.

| | | |
|---|---|--|
|  | Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-128 |
| | | Revisión: 1 |
| | | Inicio de vigencia: 2023-10-11 |

DOCUMENTO CONTROLADO


PROC-TC-128 Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona

Copia controlada No.: 1

| | Nombre | Puesto o función | | Fecha |
|-----------------------------|------------------------|---|-----------------------------|------------|
| Elaboró: | Marcela Lora Almario | Analista Instrumental | <i>Marcela Lora Almario</i> | 2023-10-09 |
| Revisó: | Angela P. Patiño Pérez | Directora de calidad | <i>Angela PPP.</i> | 2023-10-10 |
| Aprobó: | Dario Pardo Pardo | Director Técnico | <i>Dario Pardo</i> | 2023-10-11 |
| 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 | 2023-10-11 | 1 | Ninguno (versión original). | MLA | APPP | DPP |
| | | | | | | |

| | | |
|---|---|---|
|  | Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-128 |
| | | Revisión: 1 |
| | | Inicio de vigencia: 2023-10-11 |

ÍNDICE

| | |
|---|----|
| 1. OBJETIVO Y ALCANCE..... | 4 |
| 1.1 Objetivo..... | 4 |
| 2. DEFINICIONES Y NOTACIONES..... | 4 |
| 2.1 Definiciones..... | 4 |
| 2.2 Notaciones..... | 4 |
| 3. REFERENCIAS..... | 4 |
| 4. DESARROLLO..... | 6 |
| a. Condiciones generales..... | 6 |
| i. Revisión general..... | 6 |
| ii. Estabilización..... | 6 |
| iii. Verificación de equipos..... | 6 |
| iv. Manejo de la muestra..... | 7 |
| v. Medidas de seguridad..... | 7 |
| b. INSTRUCCIONES DE ENSAYO..... | 7 |
| i. Patrones y equipos de medición..... | 7 |
| ii. Materiales y consumibles..... | 8 |
| iii. Reactivos y soluciones..... | 8 |
| iv. Solución muestra..... | 8 |
| 4.2.7. Análisis Cromatográfico..... | 8 |
| 4.2.7. Condiciones cromatográficas..... | 8 |
| 4.2.8 Control de calidad..... | 9 |
| 5. RESPONSABILIDADES..... | 9 |
| 5.1. Director técnico..... | 9 |
| 5.2. Director de calidad..... | 9 |
| 5.3. Líder de Laboratorio..... | 10 |
| 5.4. Analista..... | 10 |
| 6. FORMATOS RELACIONADOS..... | 10 |
| 7. ANEXOS..... | 11 |

| | | |
|---|---|--|
|  | Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-128 |
| | | Revisión: 1 |
| | | Inicio de vigencia: 2023-10-11 |

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

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

Alcance.

| Prueba o ensayo | Norma o método de referencia | Técnica o método |
|-------------------------------------|------------------------------|---|
| Determinación de hidroxiacetofenona | 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] Beiersdorf international documentation system

| | | |
|---------------|---|--|
| aoxlab | Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-128 |
| | | Revisión: 1 |
| | | Inicio de vigencia: 2023-10-11 |

L09.14159119.000.01

GC019-01 GC Analysis off Hydroxyacetophen, Metodología enviada por el cliente. |

| | | |
|---|---|---|
|  | Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-128 |
| | | Revisión: 1 |
| | | Inicio de vigencia: 2023-10-11 |

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

a. Condiciones generales

i. 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.

ii. 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.

iii. 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 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

| | | |
|---|---|---|
|  | Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-128 |
| | | Revisión: 1 |
| | | Inicio de vigencia: 2023-10-11 |

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.

iv. 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.

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


v. 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.

b. INSTRUCCIONES DE ENSAYO

i. Patrones y equipos de medición

- Cromatógrafo de gases FID
- Columna Phenomenex ZB-35 (30m x 0.32, 0.50um)

| | | |
|---|---|---|
|  | Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-128 |
| | | Revisión: 1 |
| | | Inicio de vigencia: 2023-10-11 |

- Balanza analítica con resolución de 0,1mg
- Vortex

ii. Materiales y consumibles

- Balones volumétricos de 25mL
- Balones volumétricos de 10mL

iii. Reactivos y soluciones

- Acetona grado cromatográfico (Diluyente)

iv. Solución muestra

Pesar aproximadamente 250mg con una exactitud 0.1mg de la muestra en un balón volumétrico de 25mL, adicionar 5mL de Acetona, homogenizar en vortex hasta que las muestras estén completamente disueltas, dejar atemperar y llevar a volumen con Diluyente.

4.2.7. Análisis Cromatográfico.

Inyectar 1uL de las muestras.

El cálculo se realiza según la normalización del área (área total de los picos en el cromatograma de la solución de la muestra=100 %.

No considerar los picos del disolvente ni los picos inferiores a 0,05%

4.2.7. Condiciones cromatográficas

Modo de inyección: Split

Temperatura del inyector: 280°

Temperatura del detector 300°

Gas de arrastre: Helio

Flujo de la columna:1,59mL/min

Velocidad lineal:30.5


Flujo de purga:3,0

Radio Split: 13,0

Columna: Phenomenex ZB-35 (30m x 0.32, 0.50um)

Tiempo de equilibrio: 0,5

| | Rate | Temperatura | Hold time |
|---|------|-------------|-----------|
| 0 | - | 100.0 | 0.00 |

| | | |
|---|---|---|
|  | Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-128 |
| | | Revisión: 1 |
| | | Inicio de vigencia: 2023-10-11 |

| | | | |
|---|-------|-------|------|
| 1 | 10.00 | 300.0 | 2.00 |
| 2 | 0.00 | 0.0 | 0.00 |
| 3 | 0.00 | 0.0 | 0.00 |

Tabla 2. Rampas de temperaturas para la corrida cromatográfica.

4.2.8 Control de 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% |


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.

| | | |
|---|---|---|
|  | Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-128 |
| | | Revisión: 1 |
| | | Inicio de vigencia: 2023-10-11 |


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.
- 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-128.
- 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.

| | | |
|---|---|--|
|  | <p>Procedimiento para la determinación de hidroxiacetofenona</p> <p>AOXLAB S.A.S</p> | <p>Identificación: PROC-TC-128</p> |
| | | <p>Revisión: 1</p> |
| | | <p>Inicio de vigencia: 2023-10-11</p> |

SOFT-TC-146 "Cuadro de mando para la determinación de hidroxiacetofenona".
 [FOR-TC-181 "Formato para el registro de datos primarios para la determinación de
 hidroxiacetofenona."]

7. ANEXOS.

[No aplica.]