
	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales

(Cd, Pb, As, Hg, Co, V, Ni, Li, Sb, Cu, Ba)

mediante ICP-OES y digestión microondas

AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31


DOCUMENTO CONTROLADO

Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales
 (Cd, Pb, As, Hg, Co, V, Ni, Li, Sb, Cu, Ba)
 mediante ICP-OES y digestión microondas


Copia controlada N°: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Cristian Sair Garces Naranjo	Analista de laboratorio	<i>Cristian Garces</i>	2023-08-30
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Director de calidad	<i>Angela PPP.</i>	2023-08-31
Aprobó:	Darío Pardo Pardo	Director Técnico	<i>Dario Pardo</i>	2023-08-31
Localización del documento:	http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/			

Control de Cambios


	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2022-04-15	1	Versión inicial	ODT	DPP	YELP
Obsoleto	2023-06-23	2	Se incorporaron los anexos de instrucciones y recomendaciones del digestor microondas y parámetros de digestión	CSGN	APPP	DPP
Vigente	2023-08-31	3	Se ajustan los criterios de aceptación para la solución de chequeo y se detallan las directrices para la realización del procedimiento de digestión	CSGN	APPP	DPP


	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

INDICE

1. OBJETIVO Y ALCANCE.....	6
1.1. Objetivo.....	6
1.2. Alcance.....	6
2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	7
3. REFERENCIAS.....	7
4. DESARROLLO.....	8
4.1. Principio del método.....	8
4.2. Manejo de ítems de ensayo.....	8
4.2.1. Inspección visual.....	8
4.2.2. Estabilización.....	9
4.2.3. Verificación de equipos.....	9
4.2.4. Medidas de seguridad.....	9
4.3. Equipos.....	9
4.4. Reactivos y/o soluciones.....	10
4.5. INSTRUCCIONES DE ENSAYO.....	12
4.5.1. Preparación de muestras para digestión microondas.....	12
4.5.2. Preparación de curva de calibración estándar.....	16
Tabla 5. Alícuotas de la solución de trabajo para la curva de calibración.....	16
.....	16
4.6. ANALISIS DE RESULTADOS.....	16
4.7. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD.....	17
5. RESPONSABILIDADES.....	18
5.1. Director técnico.....	18
5.2. Líder de Calidad.....	18
5.3. Líder de Laboratorio.....	18
5.3.1. Analista.....	18

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

6. FORMATOS RELACIONADOS	20
7. ANEXOS	21
7.1. INSTRUCCIONES Y RECOMENDACIONES DIGESTOR MICROONDAS	21
7.2. PARÁMETROS DE DIGESTIÓN	26

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1. Objetivo.

Describir los pasos para realizar la determinación de metales usando la técnica de emisión atómica por plasma inductivamente acoplado (ICP-OES) y digestión a presión asistida por microondas, de acuerdo con los parámetros de los métodos normalizados USP 43 NF 38 <233> [1] Impurezas Elementales y siguiendo los lineamientos de la norma ISO/IEC 17025:2017 [2]


1.2. Alcance.

Este procedimiento se utiliza para la determinación de los metales indicados en la tabla 1, aplicable a la matriz: Materias primas cosméticas/farmacéuticas

Metales	Norma o método de referencia	Técnica o Método
<ul style="list-style-type: none"> • Plomo (Pb) • Vanadio (V) • Cobalto (Co) • Mercurio (Hg) • Cobre (Cu) • Cadmio (Cd) • Litio (Li) • Antimonio (Sb) • Níquel (Ni) • Arsénico (As) • Bario (Ba) 	USP 43 NF 38 <233>	ICP-OES

Tabla 1. Intervalo de trabajo para determinación de metales por ICP-OES

Metal	Rango de calibración, mg/L	Línea de emisión (nm)
Plomo	0,0026 – 0,0079	Pb 220.353 {453} (Axial)
Vanadio	0,0036 – 0,0108	V 292.402 {15} (Axial)
Cobalto	0,0026 – 0,0079	Co 228.616 {447} (Axial)
Mercurio	0,0027 – 0,0081	Hg 194.227 {473} (Axial)

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31


Metal	Rango de calibración, mg/L	Línea de emisión (nm)
Cobre	0,108 – 0,324	Cu 324.754 {104} (Axial)
Cadmio	0,0024 – 0,0072	Cd 228.802 {447} (Axial)
Litio	0,09 – 0,27	Li 670.784 {50} (Axial)
Antimonio	0,033 – 0,099	Sb 206.833 {463} (Axial)
Níquel	0,0072 – 0,0216	Ni 231.604 {445} (Axial)
Arsénico	0,0054 – 0,0162	As 193.759 {474} (Axial)
Bario	0,252– 0,756	Ba 455.403 {91} (Axial)

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

Para el presente documento aplicara las definiciones y notaciones establecidas en el numeral 2.1 del procedimiento PROC-TC-012, procedimiento de validación o verificación de métodos analíticos.

3. REFERENCIAS.

- [1] USP-NF <233> Impurezas elementales – Procedimientos - 2018
- [2] 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.
- [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*.

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

4. DESARROLLO.

4.1. Principio del método

La serie iCAP 7000 es una gama de espectrómetros de emisión óptica de plasma de argón acoplados inductivamente (ICP-OES) que utilizan un diseño óptico tipo Echelle y un detector de estado sólido de dispositivo de inyección de carga (CID) para medir las concentraciones elementales de trazas en una amplia gama de muestras.

La materia orgánica presente en las muestras es oxidada en medio ácido (ácido nítrico y/o ácido clorhídrico), en un recipiente cerrado y utilizando una fuente de microondas para acelerar la reacción de oxidación.

Las disoluciones líquidas se bombean al espectrofotómetro ICP-OES, a través de un nebulizador para producir una pulverización fina. La muestra nebulizada pasa mediante la cámara de nebulización ciclónica al tubo central de la antorcha de plasma. El disolvente se evapora y la muestra residual se descompone en átomos e iones que son excitados por el plasma generado por radio frecuencia (RF) a 9000 K que emitirá un conjunto único de longitudes de onda para cada elemento a medida que se descomponen hasta un estado energético inferior. Se mide la intensidad de esta onda y esta corresponderá finalmente a la concentración del elemento buscado en la muestra original.


4.2. Manejo de ítems de ensayo

Para la identificación, manejo, transporte, almacenamiento y descarte del ítem de ensayo, se siguen las instrucciones dadas en el procedimiento PROC-TC-008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio.

4.2.1. Inspección visual.

Al recibirse la muestra en el Laboratorio, esta 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 mínimo con 5 gramos de muestra para realizar el análisis. La muestra debe estar correctamente homogenizada.

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

4.2.2. 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 ejecutaron 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 con un tiempo prudente para estabilizar la condición.

4.2.3. Verificación de equipos.

A fin de confirmar que los equipos a utilizar en el ensayo se encuentran en condiciones adecuadas para realizar el servicio, se inspecciona que se haya realizado la verificación diaria de la balanza analítica y las verificaciones de las micropipetas y dosificadores que se usaran. Para asegurar la calidad de los resultados, es necesario que el iCAP 7000 *Series* cuente con el mantenimiento preventivo de acuerdo con la periodicidad especificada en los programas de mantenimiento del laboratorio.

La alineación de la antorcha se realiza cada vez que se desmonta la antorcha para limpieza y/o cada vez que al optimizar el espectrómetro la línea base este fuera del rango (-1.0, 1.0). Este procedimiento debe realizarse con solución de Zn de 2 mg/L, tal como se describe en el instructivo (INS-TC-002).

Antes de iniciar el encendido del iCAP, abrir el paso del argón en el manómetro desde una presión mínima aproximada de 20 psi hasta 80 psi durante 10 minutos, encender el iCAP y esperar a que la óptica se estabilice (*Interlock Optics Temperature* en verde). Revisar los interlocks del software Qtegra de acuerdo con el instructivo de operación del ICP-OES Thermo iCAP 7000 (INS-TC-002).

4.2.4. Medidas de seguridad.


Durante el análisis tener en cuenta que se debe seguir el procedimiento aquí descrito sin modificar ningún parámetro.

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

4.3. Equipos

Para realizar el ensayo se utilizan los siguientes patrones de referencia, equipos y componentes clave:


- Balanza analítica con resolución de 0,1 mg
- Digestor microondas ETHOS UP (#253)
- Beakers de diferentes tamaños

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

- Balones de aforo de 25 mL y 50 mL
- Micropipetas monocanal de volumen variable de 200 µL, 1000 µL y 10 mL
- Puntas para micropipetas de 200 µL, 1000 µL y 10 mL
- Probetas graduadas en plástico o vidrio de 50 y 100 mL
- Tubos plásticos para centrifuga de capacidad de 50 mL y 15 mL
- Espectrómetro ICP-OES con Automuestreador – iCAP 7000 *Series* (#246)
- Jeringas plásticas desechables de 10 mL
- Filtros pre-jeringa hidrofílicos PVDF con un tamaño de poro de 0.45 µm de diámetro
- Chiller ThermoFlex 900 (#247)
- Tubos de ensayo PVDF para automuestreador de 10 y 15 mL de lisos
- Argón grado cromatográfico 5.0
- Kit de inyección de muestras Thermo: antorcha, nebulizador, tubo inyector, mangueras de desecho y muestras, cámara de nebulización, codo, base de antorcha, tubo inyector.

4.4. Reactivos y/o soluciones

- 4.4.1. **Agua de alta pureza, tipo I.** Para preparación de mezclas y/o dilución.
- 4.4.2. **Ácido nítrico (HNO₃) 65% (w/w).** EMSURE® o equivalente
- 4.4.3. **Ácido clorhídrico (HCl), 30% (w/v).** Ultrapur® o equivalente
- 4.4.4. **Peróxido de Hidrógeno. 30% (v/v).** Suprapur® o equivalente
- 4.4.5. **Estándares certificados de metales 1000 mg/L.** Cadmio, plomo, arsénico, mercurio, cobalto, vanadio, níquel, litio, antimonio, bario y cobre.
- 4.4.6. **Solución de ácido nítrico 2%.** En un balón aforado de 1000 mL adicionar 34 mL de ácido nítrico 60%. Aforar con agua tipo I.
- 4.4.7. **Solución de ácido nítrico 10%.** En un balón aforado de 1000 mL adicionar, cuidadosamente 154 mL de ácido nítrico 65%. Aforar con agua tipo I.
- 4.4.8. **Set up solution Zinc 2 mg/L.** Thermo Scientific. Alternativamente puede prepararse de la siguiente manera: En un balón aforado de 250 mL adicionar, cuidadosamente, 0.5 mL de solución certificada de zinc de 1000 mg/L y aforar con ácido nítrico 2%.
- 4.4.9. **iCAP Series multi-element solution.** Thermo Scientific
- 4.4.10. **Solución stock 1 (M1). Mezcla metales pesados (Cadmio, Plomo, Mercurio, Cobalto, Vanadio).** Empleando una micropipeta de 1 mL, tomar las alícuotas para cada metal mencionadas en la tabla siguiente. Agregar 0,5 mL stock Au (1000 µg/L) para estabilizar el Hg de la solución; del mismo modo agregar 0,5 mL de HCl 30% para estabilizar el Pb y el As de la

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

solución; transferirlas a un balón de 25 mL y aforar con solución de ácido nítrico 2%. (Realizar la corrección por pureza según cada estándar).

Tabla 2. Alícuotas solución stock 1.

	Analito	Pureza, mg/kg	Alícuota, mL	Concentración final en la solución, µg/L
Solución Stock 1	Cadmio	985	0,50	20.30
	Plomo	987	0,55	22.28
	Mercurio	982	0,56	22.80
	Cobalto	985	0,55	30.36
	Vanadio	988	0,75	22.00


4.4.11. Solución stock 2 (M2). Mezcla metales pesados (Arsénico y Níquel) En un balón aforado de 10 mL, con ayuda de una micropipeta de capacidad adecuada, adicionar las alícuotas de cada uno de los estándares certificados de 1000 mg/L mencionado en la tabla 3. Aforar con solución de HNO₃ al 2%.

Tabla 3. Alícuotas solución stock 2.

	Analito	Pureza, mg/kg	Alícuota, mL	Concentración final en la solución, µg/L
Estándar mezcla 2	Arsénico	990	0,45	45.50
	Níquel	988	0,6	60.80

4.4.12. Solución stock 3 (MT) - Solución de trabajo. Para preparar esta solución final de trabajo se deben transferir los volúmenes de la siguiente manera a un balón aforado de 25 mL: agregar 0,2 mL de las soluciones stock 1 y 0.2 mL de la solución stock 2 y de las soluciones individuales de los siguientes metales, ver tabla 4.

Tabla 4. Alícuotas para preparar solución de trabajo

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

Estándar mezcla de trabajo		Analito	Pureza, mg/kg	Alícuota, mL	
		Solución Stock 1	Cadmio	N.A	0,2
Plomo					
Mercurio					
Cobalto					
Vanadio					
Solución stock 2	Rutenio	N.A	0,2		
	Arsénico				
Soluciones individuales	Níquel	1000	0,15		
	Litio				
	Antimonio			967	0,055
	Bario			1000	0,42
	Cobre	989	0,18		

- 4.4.13. **Solución stock Oro 2000 µg/L.** En un balón de 50 mL, adicionar 100 µL de estándar de 1000 mg/L de Oro, usando una micropipeta de capacidad adecuada. Aforar con solución de ácido nítrico al 2%.
- 4.4.14. **Solución stock de Itrio de 10 mg/L. (Estándar interno)** En un balón de 50 mL adicionar 0,5 mL de solución certificada de Itrio de 1000 mg/L, medidos con ayuda de una micropipeta de 1 mL. Aforar con solución ácido nítrico al 2%.
- 4.4.15. **Solución stock estándar de verificación y de digestión:** se realiza un estándar de verificación y digestión con la concentración del punto de la curva de calibración 1J.


NOTA. La preparación de estas soluciones debe registrarse en el formato FOR-TC-045 de acuerdo con lineamientos del procedimiento PROC-TC-056. Las soluciones preparadas de metales pesados 2.4.11 – 2.4.16 deben almacenarse a 4 °C. Si la solución contiene Hg y/o As su vida útil es de máximo 5 días. Soluciones de metales pesados traza su vida útil es de máximo 8 días. Siempre que sea posible procure preparar soluciones stock frescas.

4.5. INSTRUCCIONES DE ENSAYO

4.5.1. Preparación de muestras para digestión microondas

4.5.1.1. Recomendaciones y advertencias generales

Durante cada paso de este procedimiento debe evitarse cualquier contaminación con el elemento que se determinará. Al analizar Cromo y Níquel, debe evitarse el uso de cualquier elemento de acero inoxidable; usar espátulas recubiertas con teflón o espátulas plásticas. Si bien los guantes de nitrilo provocan estática en los tubos del digestor que dificultan el proceso de pesaje, recordar que

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

el sudor de las manos genera contaminación por Sodio, Potasio y otros minerales. Se debe tener en cuenta que la digestión de muestras ricas en carbono (Por ejemplo, celulosas, carbohidratos, grasas, aceites) produce grandes cantidades de gas que pueden provocar explosiones. Antes de usar el digestor, lea atentamente el manual de funcionamiento de este y las instrucciones de seguridad para su correcta operación. Debe prestarse especial atención al riesgo que representan los óxidos de nitrógeno que se generan durante el proceso de digestión, por lo que debe usarse la campana de extracción para manipular el ácido nítrico concentrado. No debe usarse ácido perclórico para las digestiones a presión, ni siquiera en pequeñas cantidades pues es inestable y explosivo a temperaturas mayores de 150°C.

Al iniciar la digestión, las muestras en el digestor absorberán energía en forma de radiación microondas, debe asegurarse que el material este completamente cubierto por los ácidos de digestión, debe evitarse que la muestra se adhiera a las paredes del tubo del digestor procurando que quede alojada en el fondo de este. Las muestras que absorben energía de microondas y no están completamente cubiertas por el ácido, pueden generar un sobrecalentamiento del recipiente. El digestor tiene un sensor de temperatura que detendrá el proceso si esto ocurre. Sin embargo, deben tomarse las precauciones necesarias pues un sobrecalentamiento descontrolado de la muestra puede generar explosiones y/o daños en el equipo.


4.5.1.2. Preparación de la muestra

Para la identificación, manejo, transporte, almacenamiento y descarte de la muestra, se siguen las instrucciones dadas en el procedimiento PROC-TC-008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio.

Al tomar de la porción de análisis, la muestra debe estar a temperatura ambiente y correctamente homogeneizada. Sí es líquida, mezclar hasta homogeneidad aparente mediante agitación 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.

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

- Mezclar los dos sectores restantes echando repetidas veces el material de los bordes hacia el centro.

Antes de iniciar el análisis, se debe verificar que se cuenta mínimo con 5 gramos de muestra, debe asegurarse que la porción de material a analizar este correctamente homogenizada de acuerdo con los procedimientos del laboratorio. Adapte el peso de la muestra a la capacidad del recipiente de digestión y al aumento de presión máximo permitido, considerando la información de seguridad del fabricante del digestor. El peso máximo de la muestra dependerá del contenido de carbono y de agua de esta.


Registrar el peso de la muestra con exactitud de 0.0001 g en el formato FOR-TC-155 "Formato para el registro de las digestiones para metales". En este mismo formato, consignar los metales a analizar y la cantidad de ácidos empleados en la digestión asegurando la trazabilidad del procedimiento de acuerdo con las políticas del laboratorio. Colocar el respectivo código de muestra sobre las chaquetas de los tubos con un sticker. No realizar ninguna marca sobre la superficie de los tubos o las chaquetas. Registre la posición que tendrá de cada muestra dentro del carrusel del digestor (numerados del 1 al 15). Complete el registro de datos en el FOR-TC-155

4.5.1.3. Adición de ácidos

El volumen de ácido necesario para la digestión dependerá de la naturaleza del material de la muestra. Por lo general 3 mL de HNO₃ [65%] son suficientes para digerir 200 mg de muestra. Sin embargo, se deben seguir las instrucciones del fabricante del digestor que indican que siempre debe procurarse completar un volumen de líquidos de 10 mL. Agregar 10 mL de HNO₃ [65%]. Si se desea evitar la adhesión de las muestras a las paredes del recipiente de digestión y asegurar una mejor digestión, agregar entre 0,5 a 1,0 mL de H₂O₂ [30%] y 9,0 o 9,5 mL de HNO₃ [65%] según corresponda. El peróxido de hidrógeno provoca una mayor formación de gas cuando el ácido reacciona con la muestra lo que asegura una mezcla más homogénea, además disminuye la formación de óxidos de nitrógeno.

Para digestiones de metales trazas contaminantes es necesario la adición de HCl, que evita pérdidas por adsorción a las paredes de los tubos del digestor y asegura que los elementos sigan disueltos en la mezcla, por lo que deben adicionarse al menos 0,5 mL o 1 mL de HCl [30%], agregar el HCl después de agregar el HNO₃. Debe tenerse precaución de realizar la adición de los ácidos en forma lenta y de tal manera que escurra por las paredes del tubo de digestión. Si la muestra presenta calentamiento o eferescencia, dejar el tubo de digestión destapado dentro de la cabina de extracción hasta que haya pasado el efecto. Adicionar a todas las muestras 0,25 mL de **Solución stock de Itrio de 10 mg/L**, y el volumen de solución stock de metales correspondiente según el criterio de aseguramiento de la calidad. Luego tape los tubos de digestión.

Finalmente inserte los tubos en las chaquetas cerámicas, ajústelos correctamente a los vasos del digestor numerados, retire el sticker para evitar errores en los sensores y deterioro en el equipo, cierre

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

con la llave de torque cada vaso, coloque cada uno en la posición definida en el carrusel, programe la rampa de calentamiento, diligencia la tabla de posiciones del digestor, cierre la puerta e inicie el proceso de digestión (véase INS-TC-003).

NOTA: Finalizado el ensayo los tubos del digestor deben lavarse con jabón neutro, secarse con toallas absorbentes limpias y debe asegurarse de eliminar cualquier residuo que se hubiese adsorbido en los tubos llevando los tubos a calentamiento por al menos 6 horas a 160 °C


4.5.1.4. Rampa de digestión (Temperatura y tiempo)

Para asegurar una correcta digestión debe alcanzarse una temperatura de al menos 180°C y mantenerse por lo menos por 20 minutos, temperaturas más altas garantizan una menor cantidad de carbono residual y de interferentes. El digestor Ethos UP (#253), cuenta con rampas de digestión preconfiguradas para las matrices más comunes que se analizan en el laboratorio por lo que debe seleccionarse el método correcto según la naturaleza de la muestra. Sin embargo, hay que tener en cuenta que si hay compuestos orgánicos de arsénico en los alimentos a analizar puede ser necesario temperaturas de 320 °C si se determinara el arsénico posteriormente por método de hidruros. Para la determinación de selenio por hidruros la temperatura máxima de digestión es de 280 °C

4.5.1.5. Enfriamiento y tratamiento posterior a la digestión

Al finalizar la digestión, para reducir el exceso de presión, activar el rotor del digestor para acelerar el enfriamiento de las muestras y asegurarse que la temperatura de los tubos sea menor a 40 °C. Una vez atemperados, abra la puerta del digestor y retire uno a uno los vasos de digestión, ubicándolos dentro de la campana de extracción, realice la apertura de los vasos, de acuerdo con las instrucciones establecidas en el instructivo INS-TC-003, empleando nuevamente la llave de torque. Abrir con cuidado evitando generar salpicaduras, espere a que el gas de color marrón se disipe y transfiera el contenido del tubo de digestión a un tubo plástico de centrífuga de 50 mL, purgue el vaso del digestor con agua tipo I, asegurando que toda la muestra digerida pase del tubo al plástico de centrífuga y afores a 25 mL con el agua tipo I. Verifique que el volumen de muestra digerida sea consistente con el volumen inicial de ácidos agregados, una reducción obvia del volumen significará que el tubo a presión no estaba hermético y que se perdió muestra, repita la digestión en estos casos. Continúe con el análisis instrumental, de acuerdo con el ensayo a ejecutar a cada muestra según el instructivo de operación del ICP-OES Thermo iCAP 7400 (INS-TC-002).

Nota: Las soluciones de digestión de color amarillo son causadas por sustancias orgánicas digeridas de forma incompleta. Pueden ser el resultado de una masa de muestra demasiado alta y/o una temperatura de digestión demasiado baja. Las temperaturas de digestión superiores a 200 °C no suelen dar lugar a soluciones de digestión de color amarillo. Las soluciones de digestión de color azul

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

son el resultado de los óxidos de nitrógeno disueltos. Después de la dilución con agua, el color azul desaparece.

4.5.2. Preparación de curva de calibración estándar.

Tomar 3 balones aforados de 50 mL y agregue alícuotas de solución stock MT - mezcla de trabajo 2.4.12 de la siguiente manera, ver tabla 5. Luego adicionar 0,5 mL de solución estándar interno 2.4.14 y afore con ácido nítrico al 2%.

Tabla 5. Alícuotas de la solución de trabajo para la curva de calibración

Punto curva de calibración	Alícuota, mL
0.5 J	0.75
1.0 J	1.5
1.5 J	2.25

4.5.3. Lectura instrumental.

Realizar la lectura instrumental de patrones de calibración, estándares de control y muestras en el Espectrofotómetro ICP – OES, de acuerdo con el instructivo INS-TC-002.


4.6. ANALISIS DE RESULTADOS

Los resultados son calculados de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$C_{mg/g} = \frac{(R - i)}{m_{(mg/l)^{-1}}} \times \frac{V_{(l)}}{M_{(g)}} \times FD$$

Donde $C_{mg/g}$ corresponde a la concentración del metal en mg/g, R es la respuesta instrumental obtenida para la muestra en cuentas, i corresponde con el intercepto de la recta de calibración, m es la pendiente de la recta de calibración en (mg/L)⁻¹. V es el volumen de aforo de la digestión, expresado en litros y M es la masa de la muestra expresada en gramos. FD es el factor de dilución aplicado, en caso de que se haya diluido la muestra, para obtener una respuesta para ella en el rango de calibración.

Si la concentración de los estándares de calibración es expresada en µg/L, el resultado se obtendrá en µg/g. Así mismo, si la masa de la muestra se expresa en Kg, el resultado del ensayo se expresará

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

en mg/Kg (o µg/Kg). Los cálculos son realizados por el software Qtegra, el cual controla el espectrofotómetro ICP-OES. Deben ser registrados en el FOR-TC-155

4.7. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Para asegurar y controlar la validez de los resultados, se debe preparar y analizar:

Para cada lote de ensayo, si el elemento está habitualmente presente en las muestras, ensayar un duplicado por matriz (un lote de ensayo corresponde a un día de análisis). Como criterio general, la desviación relativa porcentual (RPD) no debe ser mayor del 10%. Además de lo anterior, al realizar el análisis de tendencias en la carta control de precisión, debe mostrar que el proceso analítico estuvo bajo control estadístico. Es decir, no deben detectarse tendencias, de acuerdo con lo establecido en el procedimiento PROC-TC-077.


Para cada lote de análisis, ensayar un blanco de reactivos y un blanco de método. Es decir, un blanco sometido al proceso de digestión ácida y un blanco preparado sin digestión. Como criterio de aceptación el control no debe mostrar concentraciones superiores a la mitad del estándar de calibración más bajo, para cada metal cuyo resultado se va a reportar.

En cada lote de análisis, se debe verificar la eficiencia de la digestión (recuperación de estándares) preparando un estándar que contenga todos los elementos a cuantificar en el lote de análisis, en una cantidad equivalente al punto 1/ del rango de calibración para cada metal preparado. Como criterio general, el error relativo porcentual (ER%) no debe ser mayor del 20%. Además, al realizar el análisis de tendencias en la carta control de exactitud, debe mostrar que el proceso analítico estuvo bajo control estadístico. Es decir, no deben detectarse tendencias, de acuerdo con lo establecido en el procedimiento PROC-TC-077.

Si el elemento no se encuentra habitualmente presente en las muestras, deben prepararse, de manera independiente, un adición de una matriz representativa del lote de análisis, a un nivel de concentración equivalente al punto medio del rango de calibración, para cada metal a ensayar. Como criterio general, el error relativo porcentual (ER%) no debe ser mayor del 20%, ni la desviación relativa porcentual (RPD), no puede superar el 20%. Además de lo anterior, al realizar el análisis de tendencias en las cartas control de exactitud y precisión, debe encontrarse que el proceso analítico estuvo bajo control estadístico.

Respecto a la validez de la curva de calibración se establece como criterio de aceptación que la concentración obtenida de la interpolación de los estándares en el modelo de ajuste no debe diferir en más de un 5% con respecto de su valor teórico.

El uso e idoneidad del material de referencia certificado a usar dependerá de la disponibilidad y de los detalles de la especificación analítica. La cantidad de material de referencia que se debe pesar

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

ha de ser congruente con los lineamientos de la sección 2.5.1.2 para preparación de muestras. Se debe preparar (digestar) material de referencia fresco cada vez que se requiera su uso como control de calidad. Para matrices alimentarias el material de referencia debe leerse 2 veces al mes en lecturas aleatorias. DEBE incluirse en los montajes de digestión de muestras interlaboratorio.

5. RESPONSABILIDADES.

5.1. Director técnico.

- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- 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. Líder 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.
- 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 obtenidos del aseguramiento de calidad del método.
- Revisar los resultados ingresados por el analista, haciendo seguimiento de la trazabilidad del análisis.

5.3.1. Analista.

- Revisar los resultados obtenidos del aseguramiento de calidad del método.
- Digitar los resultados de los ensayos en la plataforma para el reporte de resultados.
- Aplicar el presente documento.


	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

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

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

6. FORMATOS RELACIONADOS.

- SOFT-TC-059 Cuadro de mando para el ensayo de metales.
- FOR-TC-045 Formato para el registro de información y asignación de lote de las soluciones preparadas para uso en los ensayos
- FOR-TC-155 formato para el registro de las digestiones para metales.
- PROC-TC-077 Procedimiento de elaboración de gráficos de control
- INS-TC-002 Instructivo operación del del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400.
- INS-TC-003 Instructivo de operación del digestor por microondas Milestone ETHOS UP.

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

7. ANEXOS

7.1. INSTRUCCIONES Y RECOMENDACIONES DIGESTOR MICROONDAS

8 MAXI-44 rotor Tips and Techniques

8.1 General working specifications

Sample amount

- Maximum sample amount: 500 mg (of organic dried matter)

Volumes

- Minimum volume: 5 mL
- Maximum working volume: 50 ml

Temperature

- Maximum working temperature: 200°C
- Maximum holding time at maximum working temperature: 30 minutes

Pressure

Maximum working pressure: 35 bar

Acid solutions

MAXI-44 vessels are able to perform digestions with all kind of acids mixtures. Most common acids used for sample preparation are: HNO₃, HCl, HF, HBF₄, H₂SO₄, H₃PO₄, HClO₄, H₂O₂



8.2 MAXI-44 Vessels


Each closed, microwave sample preparation vessel is actually a system of components. They function in tandem to provide :

A closed, clean environment for containing the sample during processing, thereby preventing contamination;

A closed container that prevents loss of volatile species, even when processing materials at temperatures far above the normal boiling point of the mixture;

A closed container that minimizes the use of expensive acids/solvents;

A system that can safely release (vent) over-pressure in the vessels, then reseal the vessel and continue the microwave process until completion.

	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

4.2 Vessel closure and installation

No special closure tool is required to close the vessel, but you can perform it by hands.

Place the little cover on the vessel. The pin on the cover must face up.



Screw the thread cover on the vessel.



Place the closed vessel in the rotor.



A minimum number of 8 vessels must be introduced in the cavity



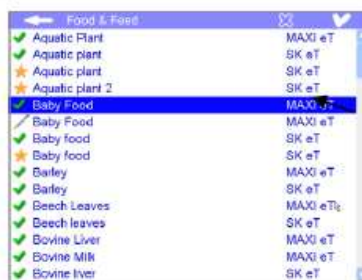
For a better performance of the Infrared Temperature Control (IR-TC) sensor, in case of free rotor positions, vessels must be distributed as homogeneous as possible and firstly on the outer circle positions.



Introduce the rotor in the unit.



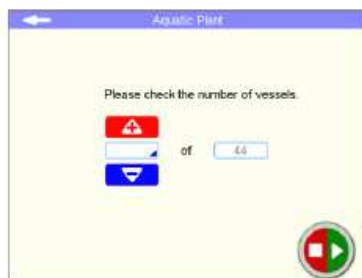
Select a method from the software library (the method should be marked with "eT").



Start the digestion method, and introduce the number of vessels that you have loaded on the rotor plate and wait the end of the program.



A minimum of 10 vessels must be indicated to have a better functionality of the system.



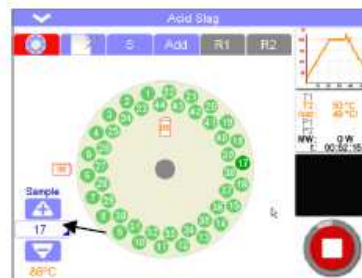
Press start and wait the end of the digestion program. It's possible to monitor the internal temperature of each vessels from the sample list / rotor window (see the Ethos UP user manual for more details).


Wait for the end of the digestion program.



Warning

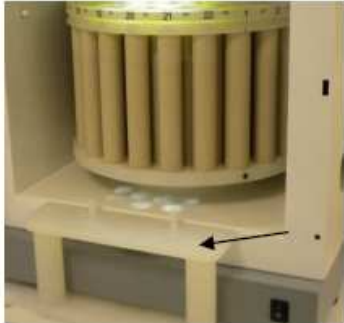
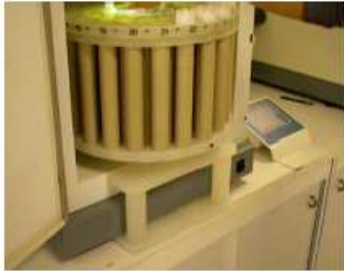

Open the vessels only when the internal temperature is 80°C



	Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-223
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2023-08-31

4.4 Vessel removal

For an easy removal of vessels (one by one) from rotor body, use **the MAXI-44 Support (LC000365)**.

Fix the MAXI-44 support to your ETHOS unit as shown in the pictures	
Move the rotor out of the cavity.	
Remove the vessels one by one.	

For a fast removal of all vessels from rotor body, see the following instructions

Untighten the screw nut on the top plate.



Drag out the top plate by the handle with the vessels facing up.



Place the lifting plate with the vessels on the samples holder.



During the opening of the vessels, some fumes could come out from the vessels. Point the vessels in the direction of suction of the fume hood.



7.2. PARÁMETROS DE DIGESTIÓN

Matriz	Peso muestra (g)	NHO3 (ml)	HCl (ml)	H2O2 (ml)	H2O (ml)	H2SO4 (ml)	HF (ml)	HBF4 (ml)	HClO4 (ml)	t1 (min)	T2 grados	Potencia1 (W)	t2 (min)	T2 grados	Potencia2 (W)	t3 (min)	T3 grados	Potencia3 (W)
Hojas de te	0.25	4	-	1	-	-	-			25	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Hoja de pina	0.25	4	-	1	-	-	-			25	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Maiz	0.25	4	-	1	-	-	-			25	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Vegetal triturado	0.25	4	-	1	-	-	-			25	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Plantas secas	0.25	4	-	1	-	-	-			25	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Lentejas	0.25	4	-	1	-	-	-			25	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Raices	0.25	4	-	1	-	-	-			25	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Heno	0.25	4	-	1	-	-	-			25	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Vino	0.2	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Café	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Vinagre	0.2	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Jugo de fruta (ml)	0.5	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	10	200	1800	-	-	-
Bebidas alcoholicas	0.2	5	-	1	-	-	-			20	200	1800	10	200	1800	-	-	-
Cannabis y derivados	0.2	4	-	1	-	-	-			25	200	1800	20	200	1800	-	-	-
Cannabis vegetal	0.2	4	-	1	-	-	-			25	200	1800	20	200	1800	-	-	-
Sangre (ml)	1.5	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Limpieza de tubos de digestion	-	5	-	-	5	-	-			15	180	1800	10	180	1800	-	-	-
Organos animal	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Cabello o pelo	0.25	5	-	-	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Orina	0.25	5	-	-	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800	-	-	-
Cosmeticos	0.25	0	-	-	-	6	2			20	200	1800	15	200	1800	-	-	-
EPA 3015 (Aguas)	45	5	-	-	-	-	-			1 seg	175	1800	5	175	1800	10	175	1800
EPA 3051 (FOR OIL)	0.25	10	-	-	-	-	-			10	150	1800	10	180	1800	10	180	1800
EPA 3051 (Sedimentos, lodos, suelos)	0.5	10	-	-	-	-	-			10	150	1800	10	180	1800	10	180	1800
EPA 3051 Alternativo	0.5	9	3	-	-	-	-			10	150	1800	10	180	1800	10	180	1800
EPA 3052 (Matrices siliceas y organicas)	0.5	9					3			10	150	1800	10	180	1800	10	180	1800
Polen	0.25	5	-	-	-	-	-			20	180	1800	15	180	1800	-	-	-
NIST 2781 (lodos secos domesticos)	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800	-	-	-
FILTRO CRUDO O FILTRO MILLIPORE	0.2	4						2		20	180	1800	15	180	1800			
LODOS DE AGUAS RESIDUALES	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
CENIZAS DE ACEITE CONTAMINADO	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Lodo biologico seco	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Pasto	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Hojas	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Losos municipales	0.25	4	-	1	-	-	1			20	200	1800	15	200	1800			
Residuos municipales	0.25	4	1							20	200	1800	15	200	1800			
Lodos	0.25	4	1							20	200	1800	15	200	1800			
Astillas de madera	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			



Procedimiento de ensayo para la determinación de impurezas elementales en materias primas
AOXLAB S.A.S

Identificación:

PROC-TC-223

Revisión: 3

Inicio de vigencia:

2023-08-31

Matriz	Peso muestra (g)	NHO3 (ml)	HCl (ml)	H2O2 (ml)	H2O (ml)	H2SO4 (ml)	HF (ml)	HF4 (ml)	HClO4 (ml)	t1 (min)	T2 grados	Potencia1 (W)	t2 (min)	T2 grados	Potencia2 (W)	t3 (min)	T3 grados	Potencia3 (W)
Uvas frescas	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Lecitina	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Carne liofilizada	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Margarina	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Aceite de menta	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
MONOGLICERIDO	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Champinones	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
NOODLES	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Olivas	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Tejido de ostras	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Aceite de palma	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Comida de mascota	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Azucar crudo	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Salami	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Lache de oveja	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Grasa de soya	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Aceite de soya	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Semillas de soya	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Semillas de girasol	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Carne molida enlatada	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Cerdo enlatado	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Atun en aceite	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Aceite vegetal	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Harina de trigo	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Hojas de tabaco	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Liquenes	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Cebada	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Lupulo	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Pasto	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Hojas de uva	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Graminacea seca	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Mani tostado	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Espinacas	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Tomates	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Manteca	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Carne fresca	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Ensaladas	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Levaduras	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Hojuelas de maiz	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Grano de trigo entero	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Miel	0.25	4	-	1	-	-	-			20	200	1800	15	200	1800			
Aceite de ajo	0.2	6		2						20	180	1800	15	180	1800			
DIMETILAGOXINA	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
Celulosa fina	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
ESTEARATO DE GLICERINA	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
Sacarosa granulada	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
Azucar glas	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
Lactosa	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
Esterato de magnesio	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
Manitol	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
metilvioleta B	0.2	4					4			20	200	1800	15	200	1800			
Pectina	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
COLOR ROJO PARA TABLETAS	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
Supositorios	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
Tetraciclina	0.2	7		1						20	200	1800	15	200	1800			
Cera de naranja	0.2	4					4			20	200	1800	15	200	1800			
Crema dental	0.2	8								20	200	1800	15	200	1800			
CFX-PC REVICON	0.2	6		2						20	200	1800	15	200	1800			
PD-01 IMPROVED REVICON	0.2	6		2						20	200	1800	15	200	1800			