

Introducción

El presente documento tiene por objeto definir las características y los requisitos específicos de la calificación metroológica de un cromatógrafo líquido de alto desempeño (HPLC por sus siglas en inglés - en adelante).

Recuerde que nuestro laboratorio cuenta con procedimientos detallados en los cuales se describen las pruebas a ejecutar y que dichos procedimientos puede consultarlos cuando lo requiera su sistema de calidad. En caso de tener dudas acerca de cómo completar esta información, comuníquese con nuestro laboratorio para brindarle asesoría (metrologia@ccmt.com.co).

Los HPLC que están dentro del alcance de nuestro laboratorio deberán contar con un detector tipo UV-VIS (espectrofotométrico), PDA (arreglo de fotodiodos) o RID (índice de refracción) en caso de que su instrumento solo tenga otro tipo de detector es necesario determinar si se puede llevar a cabo la calificación.

Información e Identificación del Usuario e Instrumento

Por favor complete la siguiente información, la cual será usada para el informe de calificación de los instrumentos realizada por nuestro laboratorio.

Compañía: _____

Dependencia: _____

Responsable del equipo: _____

Dirección: _____

E-mail: _____

Teléfono (s) (fijo y/o celular): _____

Fabricante: _____

Referencia o Modelo: _____

Número de serie: _____

Identificación interna: _____

Identificación De Módulos

A continuación se listan los módulos de sistemas HPLC podría tener su instrumento, por favor complete los campos de con los módulos con que cuenta su instrumento. Por favor no deje campos en blanco, si no cuenta con el modulo referenciado marque no aplica (N.A).

Módulo	N.A.	Referencia o descripción	# Serie	Id Interna
Controlador				
Integrador				
Software				
Desgasificador				
Válvula gradiente				
Bomba 1				
Bomba 2				
Inyector				
Horno				
Detector 1				
Detector 2				

Logística y programación del procedimiento.

Debido a que para poder llevar a cabo el procedimiento de calificación de HPLC, se deberá interrumpir la programación de los análisis realizados con él mismo, se requiere realizar el procedimiento de forma coordinada para evitar inconvenientes. Por favor conteste las siguientes preguntas:

- El procedimiento de calificación tiene una duración de entre dos y tres días, propongo que el procedimiento se realice en las fechas:

- El horario en el cual se puede realizar la calificación en mi laboratorio es: _____

- En mi organización es requisito para los proveedores al ingresar y/o desplazarse al laboratorio, utilizar los siguientes EPP:

Casco

Bata de laboratorio

Tapa oídos

Otros: _____

Gafas

- En mi organización es requisito para los proveedores realizar un curso de seguridad industrial, el contacto de la persona encargada de la seguridad industrial en mi organización es:

Contacto: _____

Teléfono: _____

E-mail: _____

Informe y Etiqueta de Calibración

Con el fin de poder contar con una especificación funcional con la cual contrastar los resultados de la calificación, se deben contar con manuales o referencias analíticas que las contengan. En mi organización cuento con los manuales y las especificaciones del HPLC:

Si

No

Acorde el numeral 5.10.4.4 de la ISO 17025, el informe y la etiqueta de calibración no llevará ninguna recomendación sobre intervalos de calibración a menos que el usuario lo requiera. Si usted tiene definido el periodo entre calibraciones, por favor escríbalo a continuación:

La siguiente calibración se realizará en: _____

Requerimientos Específicos para esta Calificación.

La calificación metrológica de un HPLC debe ser realizada en las condiciones normales de operación del equipo con la(s) columna(s) y fases móviles que utiliza para sus análisis de rutina.

En caso de que el instrumento realice análisis con múltiples métodos, se deben escoger condiciones cromatográficas típicas. Ó un método estandarizado o normalizado, en el caso que se quiera calificar el cromatógrafo en dicho método. Por favor especifique a continuación si requiere que la calificación metrológica sea específica al cumplimiento de un método estandarizado o a una norma específica.

Requiero que la calificación demuestre que el sistema es apto para la realización de análisis que cumplen la siguiente norma o especificación:

Requiero que la calificación demuestre que el sistema es apto para análisis de rutina en un laboratorio que realiza análisis con múltiples métodos.

características del sistema de bombeo

Los HPLC pueden contar con varias configuraciones distintas en su sistema de bombeo de fase móvil. Por favor especifique el número de bombas y si su bomba cuenta con una válvula para gradientes de baja presión. Por favor también especifique si alguno de los canales de la válvula está deshabilitado. De acuerdo a la configuración de su HPLC se correrán pruebas de estabilidad de presión (amplitud de pulsación), exactitud de flujo y exactitud en la mezcla de solventes durante un gradiente. Según aplique de acuerdo a la información suministrada.

- Número de bombas en el sistema: 1 2
válvula de gradientes: El HPLC no cuenta con ninguna
 válvula binaria
 válvula cuaternaria

Número de válvulas operando normalmente: _____

Nota:

El día de la calificación, favor entregar el instrumento lavado y purgado en sus líneas de solventes. En caso de que el equipo esté sucio o sobre presionado se suspenderá la calificación, y se tendrá que agendar una segunda cita para la realización del mismo.

características del sistema de inyección.

Especifique si la inyección de muestra se realiza manualmente o por medio de un inyector automático. A los HPLC que no cuentan con inyector automático no se les realiza prueba de repetibilidad ya que la misma depende de la habilidad del analista y no del HPLC. En caso de contar con inyector automático se realizan 6 inyecciones del mismo patrón (cafeína en metanol para detector UV VIS y PDA, y Sacarosa en agua para detector RID) bajo las mismas condiciones cromatográficas, de las cuales se analizan la repetibilidad del área por medio del %RSD.

- Inyección manual
 Inyector automático
- Volumen del sample loop: _____ μL

características del horno de columnas.

Por favor especifique si su HPLC cuenta con horno o chiller para columnas y el mecanismo de transporte de calor que utiliza.

- No cuenta con horno o chiller
 Cuenta con un horno o chiller que funciona por medio de:
 Convección natural
 Convección forzada
 Conducción directa (bloque seco)

características de los detectores.

Especifique el tipo de detectores con los que cuenta su sistema cromatográfico y chequee si cuenta con los materiales necesarios, de no ser así por favor deje constancia en las observaciones.

- Detector espectrofotométrico Ultravioleta visible (UV VIS) o Arreglo de fotodiodos (PDA). Para la evaluación de este tipo de detectores se utiliza una mezcla de patrones certificada compuesta de: uracil, benzene, naphthalene y biphenyl, para la separación de la misma se requiere una columna con fase C8 o C18 y una fase móvil compuesta de una mezcla de Acetonitrilo: Agua (70:30), en cantidad aproximada de 750 mL.

- Detector de índice de refracción (RID), para la evaluación de este tipo de detectores se puede utilizar la misma mezcla de patrones y condiciones cromatográficas utilizadas en el punto anterior, pero solo se observara respuesta de los tres primeros compuestos.
también se puede utilizar una mezcla de azúcares, en caso de que el HPLC sea utilizado en el análisis de los mismos y cuente con una columna Sugarpak o Shodex SC1011 y como fase móvil agua tipo HPLC, en cantidad aproximada de 750 mL.

Observaciones: _____

Completado por: _____ Cargo: _____

Fecha: _____

Firma:

Espacio para uso exclusivo del laboratorio de metrología CCMT.

Recepción del instrumento

- Hay evidencia de que al equipo le han realizado mantenimiento y/o ajuste? _____
- Cuenta con los solventes para la calificación? _____
- El instrumento realiza su secuencia de encendido / autodiagnóstico normalmente? _____
- Cuenta con los Manuales y especificaciones del instrumento a calificar? _____

Observaciones: _____

Realizado por: _____ Cargo: _____

Fecha: _____

Firma: