

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y FARMACIA

Calificación de Horno de Convección Horizontal 1370FM del Laboratorio de Investigación de Productos Naturales – *LIPRONAT*- como contribución al cumplimiento con los requisitos de la norma ISO 17025:2005 "*Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración*"

Informe de Tesis

Presentado por

Christy Amarilis Tavico Pérez

Para optar a título de

Química Farmacéutica

Guatemala, Abril de 2013

JUNTA DIRECTIVA

Oscar C3bar Pinto, Ph.D.	Decano
Lic. Pablo Ernesto Oliva Soto, M.A.	Secretario
Licda. Liliana Vides de Urizar	Vocal I
Dr. Sergio Alejandro Melgar Valladares	Vocal II
Lic. Luis Antonio G3lvez Sanchinelli	Vocal III
Br. Fayver Manuel de Le3n Mayorga	Vocal IV
Br. Maily Graciela C3rdova Aud3n	Vocal V

DEDICATORIA

A DIOS: Por llenarme de tantas bendiciones y ser la guía hoy y siempre.

A MIS PADRES: Por su infinito amor, por su entrega, dedicación, comprensión y esfuerzo. Gracias por su apoyo incondicional y por ayudarme a que este momento llegara. Y sobre todo por sus oraciones día a día.

A MIS HERMANOS: Por su comprensión, apoyo incondicional y por sus muestras de amor en cada momento

A MI FAMILIA Por estar pendientes de mí a cada paso que daba.

A MIS AMIGOS: Por el apoyo, palabras de aliento, la amistad sincera y por la ayuda a lo largo de nuestro camino.

AGRADECIMIENTOS

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE
GUATEMALA

Por darme la oportunidad de ser una profesional.

FACULTAD DE CCQQ Y FARMACIA

Por ser una fuente de aprendizaje.

LICDA. JULIA AMPARO GARCÍA
BOLAÑOS

Por su apoyo para la realización de este trabajo.

LICDA. AYLIN SANTIZO JUAREZ

Por su colaboración en la realización del presente trabajo.

LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE
PRODUCTOS NATURALES –LIPRONAT-

Por su colaboración en la realización del presente trabajo.

Índice

1.	Resumen	1
2.	Introducción.....	3
3.	Marco Teórico	4
	2.1 Laboratorio de Investigación en Productos Naturales -LIPRONAT-	4
	2.2 Prácticas adecuadas de fabricación de los productos farmacéuticos	8
	2.3 Acreditación	9
	2.4 Oficina de Acreditación.....	10
	2.5 Protocolo.....	11
	2.6 Validación.....	13
	2.7 Calificación de equipos	16
	2.8 Horno de Convección Horizontal 1370FM.....	19
	2.9 Antecedentes: Estudios previos realizados en Guatemala.....	20
	2.10 Antecedentes: Otros estudios realizados	22
4.	Justificación.....	23
5.	Objetivos	24
6.	Hipótesis.....	25
7.	Materiales y métodos	26
8.	Resultados.....	32
9.	Discusión	43
10.	Conclusiones	48
11.	Recomendaciones.....	50
12.	Referencias.....	51
13.	Anexos	54

1. RESUMEN

Este informe se realizó con la finalidad de evaluar el desempeño del horno de convección horizontal 1370FM para contribuir al cumplimiento de los requisitos de la norma ISO 17025:2005 "Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración" en el proceso de acreditación de laboratorio de investigación de productos naturales -LIPRONAT-.

En base a lo anterior se verificó la instalación del horno, se determinó la incertidumbre en la medición que se obtuvo de las lecturas realizadas y se estableció su comportamiento.

En la calificación de instalación del horno se cumplió con los requisitos de correcta ubicación del horno dentro del laboratorio al igual de servicios básicos y generales. Se completaron los requisitos de tener manual disponible en el laboratorio, un plano de ubicación del horno en el laboratorio, los procedimientos estándar operacionales PEO's correspondientes al mantenimiento y uso del horno e identificación de los componentes del horno.

La calibración se llevó a cabo por un ente certificado por la organización guatemalteca de acreditación OGA para asegurar el funcionamiento óptimo del horno (temperatura exacta), a 40°C la temperatura de uso del horno en el laboratorio y 150°C que es el establecido por el fabricante, a 40°C se obtuvo una uniformidad de 0.45 y a 150°C uniformidad de 1.35, menor a $\pm 1.5^\circ\text{C}$ la indicada por el fabricante por lo que el horno se encontró listo para usar. Además se determinaron los 5 puntos de referencia para la calificación de operación y funcionamiento aconsejados por el ente certificado por OGA.

Se realizó la calibración del termómetro para la calificación operativa y funcional, con lo que se obtuvo la ecuación de la curva de calibración para la corrección de las lecturas de temperatura en la calificación operativa y funcional.

En la calificación operativa se realizaron 10 mediciones a 150°C temperatura de referencia que indica el fabricante, se mantuvo calentado el horno según el fabricante por 10 horas obteniendo medias de 150°C en los 5 puntos de referencia, con dispersión que no se aleja de la media las lecturas, una incertidumbre menor a $\pm 1.5^\circ\text{C}$ que es lo deseado según las

especificaciones del fabricante y se obtuvo un coeficiente de variación de 1% que muestra que los resultados fueron bastante homogéneos por lo que hay poca dispersión.

La calificación funcional se llevó a cabo observando el comportamiento del horno en temperaturas que van de 35° a 40°C, ya que 40°C es la temperatura de mayor uso en el laboratorio y la máxima con la que la materia prima no pierde sus metabolitos. Se llevaron a cabo lecturas por 30 días en los 5 puntos de referencia establecidos por el ente calibrador.

La media de los resultados es lineal, con una dispersión 1.5 lo que indica que no se aleja de la media. La incertidumbre se mantuvo debajo de $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ que es el valor establecido por el fabricante.

Debido a que el rango de temperatura del horno es de 40 a 240°C los resultados no fueron los esperados en la lectura de cada temperatura. Se procedió a programar el horno a una temperatura menor hasta lograr una temperatura interior de 40°C, se respaldó por un estadístico de prueba con un 95% de confianza. Se estableció que al programarlo a 35°C, se mantiene a 40°C en los distintos puntos de control. Por lo que el horno se puede usar para el uso previsto.

2. INTRODUCCIÓN

La acreditación de un laboratorio es el reconocimiento formal de que el mismo es competente para cumplir pruebas o ensayos específicos u otras definidas por diferentes entidades; la misma es otorgada por un organismo de acreditación reconocido bajo criterios normados, después de la evaluación en sitio del sistema de administración de calidad y de la aptitud específica por evaluadores calificados que se cerciorarán de los requerimientos técnicos de cada método en particular, los procedimientos de calibración y la expresión de la incertidumbre de la medición. (COGUANOR, 2006, p. 1)

Para el proceso de acreditación de organismos de evaluación de la conformidad por parte de la Oficina Guatemalteca de Acreditación (OGA), existen requisitos mínimos que deben cumplir dichos organismos, para demostrar su competencia técnica y administrativa en las actividades que realizan y que están incluidas dentro del alcance de su acreditación.

La calificación del horno de convección horizontal FM1370 es parte del proceso de acreditación del Laboratorio de Investigación en Productos Naturales LIPRONAT cumpliendo con la norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025:2005 que describe los requisitos de un laboratorio de ensayo y calibración. Con lo que se cumple con los estándares de calidad cada vez más altos obteniendo así resultados de mejor calidad y confiables.

Debido a que en los laboratorios farmacéuticos se ha iniciado la implementación del informe 32 se están estandarizando procesos, por lo que es necesario realizar la calificación de los equipos involucrados. Por lo que el presente trabajo podría constituir un antecedente en esta actividad.

El objetivo de la calificación del horno de convección horizontal FM1370 es asegurar que el equipo es adecuado para la labor que realiza y establecer su desempeño durante el funcionamiento.

La calificación del equipo se realiza de acuerdo a los requisitos de la norma 17025:2005 aplicables, utilizando el formato de la Organización Mundial de la Salud OMS.

3. MARCO TEÓRICO

3.1. Laboratorio de Investigación en Productos Naturales LIPRONAT

3.1.1. Constitución de la Unidad

3.1.1.1. Nombre de la Unidad de Investigación

Laboratorio de Investigación en Productos Naturales –LIPRONAT-
Escuela de Química Farmacéutica (Lipronat, 2012)

3.1.1.2. Temática de la Investigación

La necesidad de diversificar las fuentes de producción nacional, tecnificar la transformación de las materias primas, mejorar el aprovechamiento de los recursos naturales, dar valor agregado a los productos guatemaltecos y viabilizar la agroindustria nacional, hacen suponer que la contribución multidisciplinaria de los profesionales de la Facultad de Ciencia Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala será de suma importancia para el desarrollo del país, haciendo que se generen productos más competitivos para el mercado nacional e internacional. (Lipronat, 2012)

3.1.1.3. Antecedentes de la Investigación realizada

Esta unidad desarrolla desde 1985 actividades de investigación y a partir de 2003 se constituye como una unidad de investigación de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia que cumple con realizar actividades de investigación, docencia y servicio.

- Actividades de investigación (1997-2003) – En 1998 el salón 105 del edificio T-10 de la Ciudad Universitaria, se convierte poco a poco en un laboratorio de Análisis Fitoquímico y Farmacognóstico donde se realizan análisis para investigadores de la Universidad dentro de

diferentes proyectos y se brinda apoyo a algunas iniciativas intersectoriales. A lo largo del tiempo se han realizado varios trabajos de tesis desarrollados por estudiantes de diversas carreras de la Universidad, algunos de los cuales fueron complemento de proyectos científicos.

- Actividades de servicio (1997-2003) – En los últimos años previos a la constitución formal de LIPRONAT como un Laboratorio de la Facultad, el mismo ha prestado servicios de análisis Fitoquímico a algunos proyectos institucionales y empresas en el campo de los productos naturales.
- Actividades de docencia (1997-2003) – Dentro de las actividades docentes desarrolladas por el LIPRONAT se menciona el entrenamiento de personal nacional en técnicas de análisis fitoquímico con profesionales extranjeros durante 1995-1999, además ha colaborado en diversas capacitaciones, cursos y seminarios. (Lipronat, 2012)

3.1.1.4. Líneas de investigación

- Determinación de estructura de moléculas bioactivas.
- Determinación de actividad farmacológica de extractos y metabolitos secundarios.
- Síntesis de compuestos orgánicos de interés medicinal e industrial.
- Determinación del perfil cuali-cuantitativo de metabolitos secundarios de productos naturales de interés medicinal e industrial.
- Estudios para el escalamiento y desarrollo de tecnología apropiada para el aprovechamiento sustentable de recursos naturales.

- Desarrollo de metodologías analíticas para el control de calidad de plantas medicinales y productos fitoterapéuticos. (Lipronat, 2012)

3.1.1.5. Integrantes de la unidad de investigación

- Coordinador: Nombrado por los miembros del Consejo Científico, siendo el criterio de mayor participación en número de proyectos y aporte económico al Laboratorio.
- Investigadores

3.1.2. Normativo

Artículo primero – Creación y sede del Laboratorio

Se establece la creación del Laboratorio de Investigación en Productos Naturales (que se denomina LIPRONAT o el Laboratorio) de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala. Considera las Escuelas de Química Farmacéutica, Química y Química Biológica como fundadoras de LIPRONAT, dejando la opción de integrarse a otras Escuelas o Programas de acuerdo a sus intereses y aportes a la temática.

El LIPRONAT pertenece al Departamento de Farmacología y Fisiología de la Escuela de Química Farmacéutica de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala, con sede en el laboratorio 105, Primer Nivel del Edificio T-10, Ciudad Universitaria zona 12. (Lipronat, 2012)

Artículo segundo – Definición, misión y visión

Definición: El LIPRONAT es la Unidad multidisciplinaria de Investigación del Sistema de Investigación de la Facultad, dedicada a la investigación científica y desarrollo tecnológico en el área de Productos Naturales de origen terrestre, marino y microbiológico. (Lipronat, 2012)

Artículo tercero – Objetivos

Artículo cuarto – Organización

Para organizar y optimizar las actividades de investigación científica y desarrollo tecnológico que realiza, LIPRONAT se organiza en un Consejo Científico, un Coordinador, Proyectos de Investigación, Investigadores, Personal de Apoyo y Colaboradores. (Lipronat, 2012)

Artículo quinto – Líneas de investigación y ejes temáticos orientadores.

Artículo sexto – Proyectos de investigación científica y desarrollo tecnológico

Se definen como todas aquellas actividades que, siguiendo la metodología científica, buscan generar nuevo conocimiento, proponer alternativas viables de solución y generar actividades de desarrollo e innovación tecnológica en el área de productos naturales. (Lipronat, 2012)

Artículo séptimo – Recursos físicos

Lo constituyen las instalaciones, materiales, equipo, reactivos y otros insumos necesarios para el desarrollo de sus actividades.

Artículo octavo – Publicaciones, patentes y derechos de propiedad intelectual

Artículo noveno – Entrada en vigor

Artículo décimo – Consejo científico fundador

El primer Consejo Científico estará integrado por la Dra. Amarilis Saravia Gómez, el Lic. Armando Cáceres Estrada y el Dr. Oscar Cobar Pinto. (Lipronat, 2012)

3.2 Prácticas adecuadas de fabricación de los productos farmacéuticos (PAF)

La OMS define las prácticas adecuadas de fabricación (PAF) como “el área de garantía de la calidad que asegura que los productos se fabriquen en forma uniforme y controlada, de acuerdo con las normas de calidad adecuadas al uso que se pretende dar a los productos, y conforme a las condiciones exigidas para su comercialización”. Las PAF abarcan todos los aspectos del proceso de fabricación locales, almacenamiento y transporte adecuados; personal calificado y capacitado para la producción y el control de la calidad; laboratorios apropiados; procedimientos e instrucciones escritas aprobados; registros donde consten todas las etapas de los procedimientos definidos adoptados; posibilidad de seguir un producto en todas sus etapas mediante registros de procesado de lotes y registros de distribución; y sistemas para el retiro de un producto y la investigación de quejas. (OMS, 1992, p. 22) (OMS, 1998, p. 6)

El principio rector de las PAF es que la calidad forma parte integral de la elaboración del producto, y no es algo que meramente se somete a prueba en el producto. Por consiguiente, con esto se asegura que el producto no sólo cumple con las especificaciones finales, sino que se ha hecho por los mismos procedimientos y en las mismas condiciones cada vez que se elabora. Hay muchas formas de lograr esto: la validación es la parte de las PAF por la cual se logra que los sistemas, los equipos, los procesos y los procedimientos para los ensayos del establecimiento estén bajo control y, por consiguiente, se produzca uniformemente un producto de calidad. (OMS, 1992, p.22) (OMS, 1998, p. 6)

3.3 Acreditación

Procedimiento mediante el cual la **Oficina Guatemalteca de Acreditación –OGA-** reconoce formalmente que una organización es competente para desarrollar tareas específicas.

La acreditación es considerada como herramienta clave para: facilitar el intercambio comercial, por su capacidad para eliminar las barreras técnicas y para abaratar los costos de evaluación de la conformidad, a través de los Acuerdos de Reconocimiento entre países o regiones.

La acreditación, por tanto, garantiza que los organismos de evaluación de la conformidad de distintos países desempeñen su tarea de manera equivalente, generando la adecuada confianza que posibilita la aceptación mutua de resultados. (OGA, 2006, p.1)

Los beneficios de la acreditación:

La acreditación significa “dar confianza” a todas las partes interesadas y por ello le permite a los organismos de evaluación de la conformidad acreditados:

- Tener servicios consistentes
- Uniformidad en los resultados
- Dar certeza en los resultados que brindan
- Promover el reconocimiento internacional

Los esquemas internacionales de evaluación de la conformidad contribuyen a mejorar el flujo del intercambio comercial, ya que promueven la confianza de los resultados que proveen los organismos de los países de origen de los productos.

3.4 Oficina de Acreditación –OGA-

La Oficina de Acreditación –OGA-, es un componente del Sistema Nacional de Calidad del Ministerio de Economía. La OGA fue establecida de conformidad con el Acuerdo Gubernativo número 145-2002, del 3 de mayo del 2002. Esta disposición fue modificada por el Decreto Ley Número 78-2005 del Congreso de la República, del 8 de diciembre de 2005. (OGA, 2006, p.2)

Su función principal es aplicar y administrar la Acreditación en todo el territorio nacional, con el fin de reconocer formalmente la competencia técnica de los organismos de evaluación de la conformidad, en base a las normas nacionales e internacionales vigentes. (OGA, 2006, p.2)

La OGA es signataria del **Acuerdo de Reconocimiento Multilateral de la Cooperación Interamericana de Acreditación (IAAC)** para laboratorios de ensayo, incluyendo laboratorios que realizan análisis clínicos, así como signatario del **Acuerdo de Reconocimiento Mutuo de la Cooperación Internacional de Acreditación de Laboratorios (ILAC)**. (OGA, 2006, p.2)

3.4.1 Organismos Sujetos de Acreditación

Los organismos sujetos de evaluación por parte de la Oficina Guatemalteca de Acreditación son:

- Laboratorios de Ensayo y Calibración (Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025)
- Laboratorios de Ensayos Clínicos (Norma ISO 15189)
- Organismos de Calificación
 - Sistemas de Gestión (Norma ISO/IEC 17021)*
 - Productos (Guía ISO/IEC 65)
 - Personal (Normal ISO/IEC 17024)

- Organismos de Inspección (Norma ISO/IEC 17020). (OGA, 2006, p.2)

3.4.2 Proceso de Acreditación

El proceso de acreditación de la OGA es el siguiente:

- 3.4.2.1 Solicitud de Acreditación
- 3.4.2.2 Evaluación General de Documentación
- 3.4.2.3 Pre-evaluación (opcional)
- 3.4.2.4 Formación / Aprobación Equipo Evaluador
- 3.4.2.5 Envío /Aceptación Presupuesto
- 3.4.2.6 Evaluación Documental
- 3.4.2.7 Evaluación en sitio
- 3.4.2.8 Acciones Correctivas
- 3.4.2.9 Envío / Recomendación Comité de Acreditación
- 3.4.2.10 Decisión de Acreditación OGA
- 3.4.2.11 Seguimiento y Reevaluación

Documentos relacionados a la Evaluación y Acreditación de Laboratorios de Ensayo y Calibración están disponibles en la página de internet de OGA. (OGA, 2006, p.2)

3.5 Protocolo

Un protocolo es un conjunto de instrucciones por escrito cuyo alcance es mayor que el de un procedimiento estándar de operación (PEO). Los PEO son las instrucciones detalladas por escrito para efectuar procedimientos que se efectúan normalmente en el curso de cualquiera de las actividades relacionadas con la fabricación de productos farmacéuticos. Por el contrario, un protocolo describe los detalles de un estudio integral planificado para investigar el funcionamiento uniforme de un nuevo sistema/equipo, un nuevo procedimiento o la aceptabilidad de un nuevo proceso antes de ejecutarlo. Los protocolos incluyen antecedentes importantes, explican el fundamento lógico y el objetivo del

estudio, ofrecen una descripción completa de los procedimientos que habrán de seguirse, fijan los parámetros que habrán de medirse, describen como se analizarán los resultados y facilitan criterios de aceptación determinados con anterioridad para extraer las conclusiones. Los estudios de validación, los estudios de estabilidad y los estudios clínicos son ejemplos protocolos escritos para la industria farmacéutica. Los protocolos de validación son importantes para asegurar que se recaben pruebas documentadas a fin de demostrar que un equipo, un sistema, un proceso o un método se desempeña uniformemente en conformidad con el nivel especificado. (OMS, 1998, p. 8)

Los protocolos de validación para equipos y sistemas se dividen normalmente en tres segmentos: calificación de la instalación, calificación operativa y calificación funcional, que se abrevian respectivamente CI, CO y CF. En el caso de los sistemas y equipos, la calificación funcional a menudo es sinónimo de validación. Dependiendo de la función y la operación de ciertos equipos, sólo se requieren CI/CO. En el caso de equipos cuya operación correcta es un indicador suficiente de su funcionamiento y que se monitorean o calibran regularmente (por ejemplo, medidores de pH, incubadoras, centrifugas, congeladores), se efectúan las cualificaciones de la instalación y operativa. Sistemas tales como los de abastecimiento de aire, agua, vapor y los equipos importantes que desempeñan procesos de apoyo cruciales, como la esterilización (en autoclave o en horno), la despirogenación (horno o túnel) o la liofilización, requieren cualificaciones de la instalación, operativa y funcional. (OMS, 1998, p. 11)

Se enumeran a continuación las categorías típicas de sistemas y equipos que requieren calificación funcional

<u>Sistemas</u>	<u>Equipo</u>
Aire (CVAA)	Autoclave
Aire comprimido	Despirogenación, horno o túnel
Vapor puro	Liofilizador

Vapor crudo Centrífuga de flujo continuo
Agua purificada
API
Vacío central

En cada protocolo de CI, CO y CF se explica el procedimiento exacto que hay que seguir, la información que debe registrarse, un conjunto de criterios de aceptación y una lista de los materiales, el equipo y los documentos necesarios para efectuar la validación. (OMS, 1998, p. 11)

3.6 Validación

La validación se define como el establecimiento de pruebas documentales que aportan un alto grado de seguridad de que un proceso planificado se efectuará uniformemente en conformidad con los resultados previstos especificados. Los estudios de validación son aplicables a las pruebas analíticas, los equipos, los sistemas y servicios del establecimiento (como aire, agua, vapor) y procesos (como el de fabricación, limpieza, esterilización, llenado estéril, liofilización, etc.). Se hará una validación para el liofilizador como equipo y otra para el proceso de liofilización; una para la limpieza del material de vidrio y otra para la limpieza del establecimiento; y una para el proceso de esterilización y otra para las pruebas de esterilidad. Es preciso demostrar que cada paso del proceso de fabricación de un medicamento se efectúa según lo previsto. Los estudios de validación verifican el sistema en estudio y en condiciones de prueba extremas semejantes a las que cabría esperar durante el proceso, a fin de comprobar que dicho sistema está bajo control. Una vez que el sistema o proceso se ha validado, cabe prever que permanezca bajo control, siempre y cuando no se hagan cambios en el mismo. Si se producen modificaciones o surgen problemas, o si un equipo se sustituye o se cambia de ubicación, habrá que efectuar la revalidación. Los equipos y procesos de importancia crítica se revalidan en

forma sistemática a intervalos adecuados a fin de demostrar que el proceso sigue bajo control. (OMS, 1998, p. 7)

La validez de los sistemas, equipos, pruebas o procesos se puede establecer mediante estudios prospectivos, concurrentes o retrospectivos. La validación prospectiva se basa en datos recopilados de conformidad con un protocolo previamente establecido. Éste es el método más controlado y el método de validación que se examina en la presente guía. (OMS, 1998, p. 7)

3.6.1 Tipos de validación:

Existen tres tipos de validaciones según el tipo de proceso involucrado y la información utilizada para realizar la validación:

- Validación concurrente:

La validación concurrente está basada en los datos recogidos durante la ejecución efectiva de un proceso que ya se ha implementado en una planta de producción. En esta situación, los datos de validación se reúnen durante varios ciclos del proceso continuo y se evalúan para determinar si éste es válido. Se debe redactar un protocolo para definir la información que ha de recogerse y evaluarse. Este método puede ser adecuado para los fabricantes que llevan mucho tiempo establecidos y que tienen un proceso de fabricación bien controlado. (OMS, 1998, p. 86)

- Validación retrospectiva:

Si un producto se ha venido produciendo por largo tiempo pero no se ha validado de conformidad con un protocolo prospectivo, en algunos casos puede efectuarse una validación retrospectiva cuando la validación concurrente no constituye una opción realista (por ejemplo si existe vacuna a granel almacenada durante varios años, o si puede contarse con

establecimientos empleados en una campaña distinta). Es posible examinar y analizar evaluaciones del producto y de los procesos de fabricación y de prueba para demostrar la uniformidad e integridad de los procedimientos y procesos. Generalmente esta forma de validación no se acepta por varios motivos: la falta de protocolos de validación suele indicar falta de documentación, y con frecuencia los datos corresponden únicamente a la indicación de aprobado o rechazado, lo que no permite efectuar análisis estadísticos basados en datos numéricos. Además, el análisis retrospectivo sólo se puede practicar con un sistema, equipo o proceso que no se haya sometido a ninguna revisión, reparación o modificación; por consiguiente, a menos que estos cambios estén bien documentados, no se sabrá qué periodos pueden analizarse retrospectivamente. Esto se aplica igualmente a cambios que en su momento pudieron parecer menores, y sobre los efectos de los cuales no pudo hacerse un análisis específico por falta de una evaluación de la GC y de un plan maestro de validación. (OMS, 1998, p. 86)

En lo que respecta a las pruebas analíticas, es posible analizar retrospectivamente los valores de referencia y testigos de muchas pruebas cuando están bien documentados los números de lote y cualquier cambio que afecte a los parámetros de prueba, los operadores o el equipo. Si se cuenta con datos suficientes, se puede practicar la validación retrospectiva de una valoración analítica. (OMS, 1998, p. 86)

- Validación a escala de laboratorio y a escala piloto:

La validación de ciertos procesos de producción no siempre puede efectuarse en la planta de producción. Un ejemplo es la validación de la eliminación de impurezas en cada uno de los pasos de purificación de un proceso. No es aceptable añadir grandes concentraciones de impurezas inadmisibles

conocidas (endotoxinas, ADN, proteínas indeseables, bacterias y virus contaminantes) al proceso para demostrar la purificación las elimina o inactiva. Estos estudios de validación se realizan en laboratorios a una escala más reducida que procura reproducir el proceso industrial. La escala piloto es una escala intermedia que a veces se usa para determinar la validez de procesos nuevos o modificados, antes de emprender las operaciones a escala industrial. Para que los estudios de validación a escala de laboratorio y a escala piloto puedan aceptarse como prueba de la validez del proceso a escala industrial, es preciso demostrar que se han hecho cálculos a escala menor de todos los parámetros críticos del proceso: tiempos, temperaturas, cantidades, dimensiones de las columnas, velocidades de flujo, presiones, etc. (OMS, 1998, p. 87)

3.7 Calificación de equipos:

3.7.1 Calificación

Establecer evidencia documentada de que un equipo funciona correctamente. Corresponde a realizar pruebas o ensayos a un equipo que es vital en un proceso de fabricación, comparar los resultados contra especificaciones o normas de calidad internacional o nacional y así determinar si es apto para asegurar un producto final de calidad. (OMS, 1998, p. 101)

3.7.1.1 Etapas de una calificación:

La calificación de un equipo se realiza en tres etapas sucesivas:

- Calificación de la Instalación C.I.:

Verificación documentada de que los aspectos claves de la instalación cumplen las especificaciones técnicas y las recomendaciones del fabricante. Asegura que el equipo está instalado adecuadamente. En esta etapa se recolecta toda la información de identificación, la ubicación, los requisitos de servicios básicos, las conexiones y toda medida de seguridad del equipo que sea preciso documentar.

Este documento deberá escribirse en relación con el equipo y los sistemas de importancia crucial en el procesado que se usen dentro del establecimiento, por ejemplo, sistema de CVAA, autoclave o medidor de pH. (OMS, 1998, p. 11)

Se debe verificar que el producto cumpla con las especificaciones de compra y que se tenga fácil acceso a todos los planos, manuales, lista de repuestos, dirección del vendedor y número telefónico de contacto, así como otra documentación pertinente. (OMS, 1998, p. 12)

- Calificación de la Operación C.O.:

Verificación a través de la puesta en marcha del equipo que funciona adecuadamente, es decir, cumple con los parámetros de operación para los que ha sido diseñado. Demuestra que funciona según lo previsto. En esta etapa se someten a prueba todos los controles de operación bajo condiciones normales y bajo condiciones extremas como por ejemplo el reinicio de un equipo después de un corte de luz, todos los puntos de alarma, interruptores, dispositivos visualizadores y cualquier otra indicación de operación y función. (OMS, 1998, p. 12)

Este documento describe la información necesaria para aportar pruebas de que todos los componentes de un sistema o de un equipo funcionan según lo especificado. (OMS, 1998, p. 12)

El documento de CO incluirá una lista de PON (o referencias a instrucciones específicas del manual) sobre operación, mantenimiento y calibración; información sobre la capacitación de los operarios; e instrucciones sobre cualquier prueba estática o dinámica para comprobar que el equipo opera según lo previsto bajo condiciones normales. Se deben definir las especificaciones y los criterios de aceptación para todas las operaciones. El documento de CO incluirá información sobre la calibración del equipo o el sistema, actividades anteriores a la operación, operaciones ordinarias y sus criterios de aceptación. (OMS, 1998, p. 12)

- Calificación Funcional C.F.:

Verificación a través del control de parámetros críticos de funcionamiento que el equipo funciona en forma efectiva y estable en el tiempo. Demuestra la efectividad y reproducibilidad del funcionamiento del equipo en el tiempo. Es la verificación que el equipo funciona en la forma esperada y es capaz de operar satisfactoriamente sobre todo el rango de los parámetros operacionales para el que ha sido diseñado. Esta parte de la validación de sistemas y equipos se efectúa después de haber finalizado, examinado y aprobado la calificación de instalación y calificación operativa. (OMS, 1998, p. 12)

En el documento de CF se describe el procedimiento o procedimientos necesarios para demostrar que un sistema o un equipo puede funcionar uniformemente y cumplir las especificaciones exigidas bajo la operación ordinaria y, cuando corresponda, en las peores situaciones posibles. El protocolo de CF debe incluir una descripción de los procedimientos preliminares necesarios, las pruebas detalladas del funcionamiento que deben efectuarse, y los criterios de aceptación de cada prueba. También exige que otro equipo de apoyo utilizado durante la calificación se haya validado (por ej., el sistema de vapor tendrá que validarse antes de poder validar el autoclave). (OMS, 1998, p. 12)

3.8 Horno de Convección Horizontal 1370FM

Los hornos de convección Horizontal de flujo de aire utilizan el sistema turbo ventilador que ofrece uniformidad de la temperatura óptima y recuperación. La tecnología de microprocesador integrado garantiza un control estable y sin sobresaltos de temperatura.

- Diseño de flujo de aire horizontal
- Puerto de escape ajustable tres pulgadas
- Interior y estantes de acero inoxidable
- Acabados exteriores con capa de pintura durable en polvo
- Cerrojo y bisagras de la puerta ajustables
- Temporizador electrónico digital
- Envoltura de aislamiento para una excelente retención de calor (SL, 2011, p. 1)

Tabla No. 1 "Detalles del horno de convección horizontal 1370FM"

Capacidad	4.9 Pies cúbicos
Dimensiones interiores Ancho*largo*alto pulg. (cm)	23*19.7*19 (58.4*50.1*48.2)
Dimensiones exteriores Ancho*largo*alto pulg. (cm)	31.5*26.5*33.8 (80.1*67.4*85.8)
Rango de temperatura	40°C a 240°C
Uniformidad de la temperatura	± 1.5°C a 150°C
Especificaciones eléctricas	Voltios:110 Watts: 1950 Amp: 16.3
Rango de temperatura de la recuperación	6 a 160°C
Calentamiento (min)	10 a 150°C
Estanterías	2

Fuente: SL. Recuperado: 24 Febrero 2012, de <http://www.shellab.com/store/lab-products/SHELLAB-1370FM-Horizontal-Airflow-Oven>

3.9 Antecedentes: Estudios previos realizados en Guatemala

En la bibliografía consultada no se encuentra referencias sobre calificación de hornos por lo cual se toma información de trabajos realizados sobre calificación de distintos tipos de equipo:

- 3.9.1 Lesbia Guerra, expone en su trabajo "Evaluación del Laboratorio de Investigación en Productos Naturales –LIPRONAT- según la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025. Elaboración de planes de mejora, manual de calidad y procedimientos requeridos por la norma" (2011, p. 40), LIPRONAT advirtió la necesidad de establecer un sistema de gestión de la calidad de acuerdo a las

actividades que se desarrollan dentro del Laboratorio y tomando como base las normativas nacionales exigidas y aplicables a los laboratorios de ensayo, a los cuales hace referencia la norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025:2005.

- 3.9.2 María Meza, expone en su proyecto “Calificación de equipos de fabricación de fármacos sólidos de una industria farmacéutica” (2010, p. 83) al calificar un secador de lecho fluido que lleva a cabo las operaciones de transferencia de calor y masa relaciona estas variables mediante la medición de temperatura.
- 3.9.3 Julio García, indica en el trabajo “Propuesta de procedimientos de calificación de maquinaria y equipo usado en la industria farmacéutica, en las áreas de acondicionamiento primario para productos farmacéuticos, con base a los requerimientos establecidos en el informe 32 de la O.M.S.” (2010, p. 139), la calificación de equipo que se realiza, se lleva a cabo como una serie de pasos a seguir para cumplir con las nuevas normativas para la industria farmacéutica en Guatemala, en la cual se deben describir los procedimientos y formas de cómo adecuar las áreas para la maquinaria; los cuales son los procedimientos recomendados para efectuar una calificación de equipo en el país y cumplir así con las nuevas normativas.
- 3.9.4 Alexis Osorio, indica en su trabajo “Guía para la instalación, calificación y mantenimiento de sistema de cromatografía dentro de un laboratorio acreditado ISO 17025” (2009, p. 69), que en laboratorio acreditado bajo la norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025, dados los requerimientos vemos la importancia que tienen la calibración, calificación, instalación y mantenimiento de los equipos.
- 3.9.5 Carlos Archila, resalta en su trabajo “ Implementación de un sistema de gestión de la calidad basado en la norma ISO/IEC 17025 *requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración en un laboratorio de análisis*” (2009, p.25) que por medio de la aplicación de la Norma ISO/IEC 17025, se obtuvieron los lineamientos y requisitos necesarios

para implementar un sistema de gestión de calidad para un laboratorio de análisis, para demostrar la competencia técnica y poder solicitar la acreditación.

3.10 Antecedentes: Otros estudios realizados

3.10.1 Gabriela Escobar, resalta en su trabajo "Validación de un sistema de generación de agua desionizada para uso en la industria farmacéutica" (2009, p. 14) que se utilizaron una serie de herramientas estadísticas que demostraron que la sucesión de datos obtenidos era lo suficientemente afín como para poder establecer con certeza que el sistema actual opera satisfactoriamente y considerarlo así validado.

3.10.2 Carolina Fariña, muestra en su trabajo "Calificación de equipos que participan en el proceso de encapsulación y en el sistema de encapsulación y en el sistema de calefacción, ventilación y aire acondicionado" (2006, p. 11) que se reunió información respecto a los equipos a calificar: manuales, catálogos y folletos entregados por el proveedor y otro material pertinente como planos, hojas de vida, protocolos y referencias bibliográficas.

Luego, se desarrolló cada etapa de acuerdo a la información recaudada, estableciendo las verificaciones y controles a realizar y los parámetros de aceptación de cada prueba.

3.10.3 Franco Aguilar, relata en su trabajo "Diseño de un modelo internacional para la acreditación del laboratorio de la Universidad Rafael Landívar conforme la norma ISO/IEC 17025" (2004, p.2) el diseño de un modelo para la acreditación del Laboratorio de Control de Calidad y Certificación de la Universidad Rafael Landívar conforme la Norma ISO/IEC 17025, para incrementar la competencia técnica del Laboratorio y que sus resultados sean reconocidos a nivel nacional e internacional.

4 JUSTIFICACIÓN

El Laboratorio de Productos Naturales LIPRONAT requiere ser Acreditado según la norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025:2005 para obtener reconocimiento internacional de sus resultados, tener servicios consistentes y lograr confianza de sus clientes en los resultados que provee.

La calificación del equipo permite documentar que el equipo esta en condiciones óptimas para trabajar según los requerimientos de LIPRONAT. La calificación del horno de convección horizontal FM1370 permite calibrar el horno, además de que se verifica que la temperatura mostrada en el panel de control es la correcta con esto no se permite que se dañe la materia prima vegetal utilizada en los distintos proyectos que se llevan a cabo en LIPRONAT. Con la calificación se conoce el grado de incertidumbre en las mediciones con el Horno de Convección.

Otros que derivan del presente estudio serán la calificación de otros equipos de LIPRONAT, laboratorios de la facultad e incluso laboratorios de la Universidad y Guatemala. Siendo los beneficiados de ésto; estudiantes, tesisistas y las personas que realizan proyectos en LIPRONAT, además proporcionan las bases para la calificación de equipo, información útil para todo aquel personal técnico que necesite dichos datos.

5 OBJETIVOS

General:

- Calificar horno de convección horizontal 1370FM de LIPRONAT para contribuir al cumplimiento de los requerimientos de la norma ISO 17025:2005 *“Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración”*.

Específicos:

- Desarrollar y aplicar un protocolo útil para la calificación de instalación, calificación de operación y calificación de funcionamiento del horno de convección horizontal 1370FM de LIPRONAT.
- Evaluar los requerimientos de instalación del horno 1370FM de LIPRONAT según las especificaciones del fabricante.
- Calificar el funcionamiento y desempeño del horno de convección horizontal 1370FM de LIPRONAT.
- Establecer mediante herramientas estadísticas el comportamiento e incertidumbre en la temperatura del horno 1370FM de LIPRONAT.

6 HIPÓTESIS

El Horno de Convección Horizontal 1370FM alcanza 150°C aproximadamente a las 6 horas de precalentamiento, con una incertidumbre de $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$.

7 MATERIALES Y MÉTODOS

7.1 Universo:

Equipos e instrumentos del Laboratorio de Investigación de Productos Naturales - LIPRONAT.

7.2 Muestra:

Horno de Convección Horizontal 1370FM

7.3 Recursos:

7.3.1 Humanos

7.3.1.1 Investigadora: Christy Tavico

7.3.1.2 Asesora: M.A. Aylin Santizo Juárez

7.3.1.3 Revisora: M.A. Julia García Bolaños

7.3.1.4 Jefe de LIPRONAT: M.A. Sully Cruz

7.3.1.5 Auxiliares de LIPRONAT: Licda. Nereida Marroquín

Licda. Vivian Tucux

Licda. Ingrid Oliva

7.3.2 Materiales

7.3.2.1 Protocolo de calificación: formatos de calificación del equipo para calificación de instalación, calificación de operación y calificación de funcionamiento.

7.3.2.2 Termómetro calibrado

7.3.2.3 Manual del Fabricante

7.3.3 Institucionales

7.3.3.1 Laboratorio de Investigación de Productos Naturales - LIPRONAT

7.3.3.2 MERCK S. A.

7.3.3.3 Centro de Documentación/Biblioteca – CEDOBF

7.3.3.4 Universidad de San Carlos de Guatemala USAC

7.3.3.5 Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia

7.4 Metodología y Análisis de Resultados:

7.4.1 Conocer el proceso de Acreditación según OGA.

7.4.2 Revisar la normativa existente respecto a la calificación de equipos, los requisitos para la competencia de laboratorios ISO 17025:2005 *“Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración”*

7.4.3 Conocer todos los conceptos relacionados con la calificación de equipos por medio de una investigación bibliográfica.

7.4.4 Realizar una revisión bibliográfica de protocolos desarrollados por otras instituciones en Guatemala

7.4.5 Llevar a cabo la consulta en internet de otros protocolos de calificación de equipo publicados

7.4.6 Elaborar el protocolo de calificación del horno 1370FM que consta de 3 partes:

- Protocolo de instalación
- Protocolo de operación
- Protocolo de funcionamiento (desempeño)

7.4.7 Incluir formatos de calificación de equipo lo más actualizados posibles y adecuarlos al equipo a calificar.

7.4.8 Calificar la instalación del equipo según las especificaciones dadas por el fabricante

- Consultar el manual del equipo proporcionado por el fabricante
- Revisar las condiciones de instalación dadas por el fabricante
- Verificar la lista de componentes principales
- Verificar existencia de PEO para el uso de horno
- Verificar existencia de PEO para limpieza y mantenimiento del horno.

- Elaborar un plano de la ubicación del horno 1370FM en el laboratorio de LIPRONAT

7.4.9 Calibrar el Horno de Convección por la entidad certificada, Merck S. A.

7.4.10 Calibrar el termómetro que se utilizará para hacer las mediciones de temperatura en la calificación de operación y calificación de funcionamiento.

- Seleccionar las muestras a las que se les determinará el punto de fusión, tomando 5 estándares de identidad conocida y el punto de congelación del agua.
- A cada muestra estándar se le realizarán 3 tomas de temperatura.
- Con las 3 lecturas tomadas se calcula un promedio, así para cada muestra estándar.

$$Y_a = (Y_1 + Y_2 + Y_3)/n \quad (6.10.1)$$

Donde Y_a es la temperatura promedio para la muestra a , Y_1, Y_2, Y_3 es la lectura de la temperatura experimental y n es el número de mediciones. Así para cada muestra estándar a, b, c, d, e .

- Con los resultados obtenidos y los valores teóricos de punto de fusión para cada muestra se construye una curva de calibración con la cual se obtiene una ecuación de la curva para el termómetro.

$$X = (Y-b)/m \quad (6.10.2)$$

Donde X es la temperatura corregida, Y es la temperatura experimental, b el intercepto y m la pendiente.

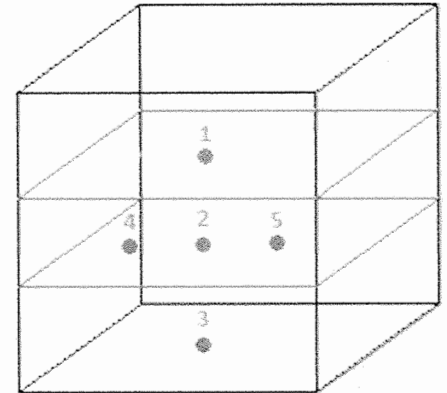
7.4.11 Calificar la operación del equipo

7.4.11.1 Calibrar el termómetro de mercurio

7.4.11.2 Calibrar del horno 1370FM por un ente certificado por la OGA.

- Realizar las pruebas de exactitud, estabilidad y uniformidad.
- Definir los puntos de control

Ilustración 1 CÁMARA DE HORNO 1370FM



Fuente: Obtenido de LIPRONAT

- 7.4.11.3 Solicitar un certificado de calificación operativa por el ente certificado.
- El procedimiento utilizado para la calificación del equipo es PC-07 “procedimiento para la calificación de Horno de convección”
- 7.4.11.4 Verificar las dimensiones del horno, el rango T°, Uniformidad
- 7.4.11.5 Verificar la operación del equipo según los formatos de la guía de OMS sobre los requisitos de las prácticas adecuadas de fabricación.
- 7.4.11.6 La operación se llevará a cabo a 150°C que es el punto de control según el manual del fabricante y se verificará la autenticidad de esa temperatura. En los 5 puntos de control definidos en la calibración del horno (ver ilustración 1)
- 7.4.11.7 Realizar 10 repeticiones de la toma de temperatura corrigiendo con la ecuación despejada 6.10.2
- 7.4.11.8 Para conocer la incertidumbre de las mediciones si X_1 se determina por n mediciones independientes, los resultados en valores q_1, q_2, q_n , el mejor estimado de x_1 es la media de los resultados individuales: (Saéz, 2001, p. 43)

$$x_i = q = \frac{\sum_{j=1}^n q_j}{n}$$

(6.10.3)

La dispersión de los resultados de la medición q_1, q_2, \dots, q_3 para la magnitud de entrada X_1 se expresa por su desviación estándar experimental:

$$s(q) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (q_j - q)^2}{n - 1}}$$

(6.10.4)

La incertidumbre estándar $u(x_i)$ de X_1 se obtiene finalmente mediante el cálculo desviación estándar experimental de la media:

$$u_A(x_i) = s(q) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (q_j - q)^2}{n(n - 1)}}$$

(6.10.5) (Saéz, 2001, p. 43)

7.4.11.9 Además se calcula el coeficiente de variación:

$$CV = \frac{S}{|x|}$$

(6.10.6)

Donde S es la desviación estándar y x es el valor absoluto de la media aritmética.

7.4.11.10 Si se encuentran desviaciones a los 150°C se corregirán y se verificará nuevamente para que no impacte en la operación.

7.4.12 Calificar el funcionamiento del equipo

7.4.12.1 Verificar las temperaturas a las cuales es usado el horno 35°, 36°, 37°, 38°, 39° y 40°C en los 5 puntos de control definidos en la calibración del

horno (ver ilustración 1); si realmente es la temperatura que indica el horno.

- Realizar 30 repeticiones de la toma de temperatura corrigiendo con la ecuación despejada 6.10.2 (Saéz, 2001, p. 43)
- Para conocer la incertidumbre de las mediciones si X_1 se determina por n mediciones independientes, los resultados en valores q_1, q_2, q_n , el mejor estimado de x_1 es la media de los resultados individuales:

ecuación (6.10.3) (Saéz, 2001, p. 43)

La dispersión de los resultados de la medición q_1, q_2, \dots, q_n para la magnitud de entrada X_1 se expresa por su desviación estándar experimental:

Ecuación (6.10.4)

La incertidumbre estándar $u(x_i)$ de X_1 se obtiene finalmente mediante el cálculo desviación estándar experimental de la media:

Ecuación (6.10.5) (Saéz, 2001, p. 43)

La incertidumbre se construye sobre un modelo lineal, donde la temperatura fijadas de 35°, 36°, 37°, 38°, 39° y 40°C son las abscisas y las lecturas son las ordenas

- 7.4.12.2 Si se encuentran desviaciones a los 35°, 36°, 37°, 38°, 39°, 40°C se corregirán y se verificará nuevamente para que no impacte en el funcionamiento.
- 7.4.12.3 Llenar los formatos de calificación de funcionamiento de acuerdo a las mediciones realizadas y a los resultados obtenidos para obtener un dictamen sobre el funcionamiento del horno de convección 1370FM.

8 RESULTADOS

Los protocolos de calificación de instalación, operación y funcionamiento se encuentra en los anexos A para analizarlos a mayor detalle puede referirse al final del presente informe

Instalación

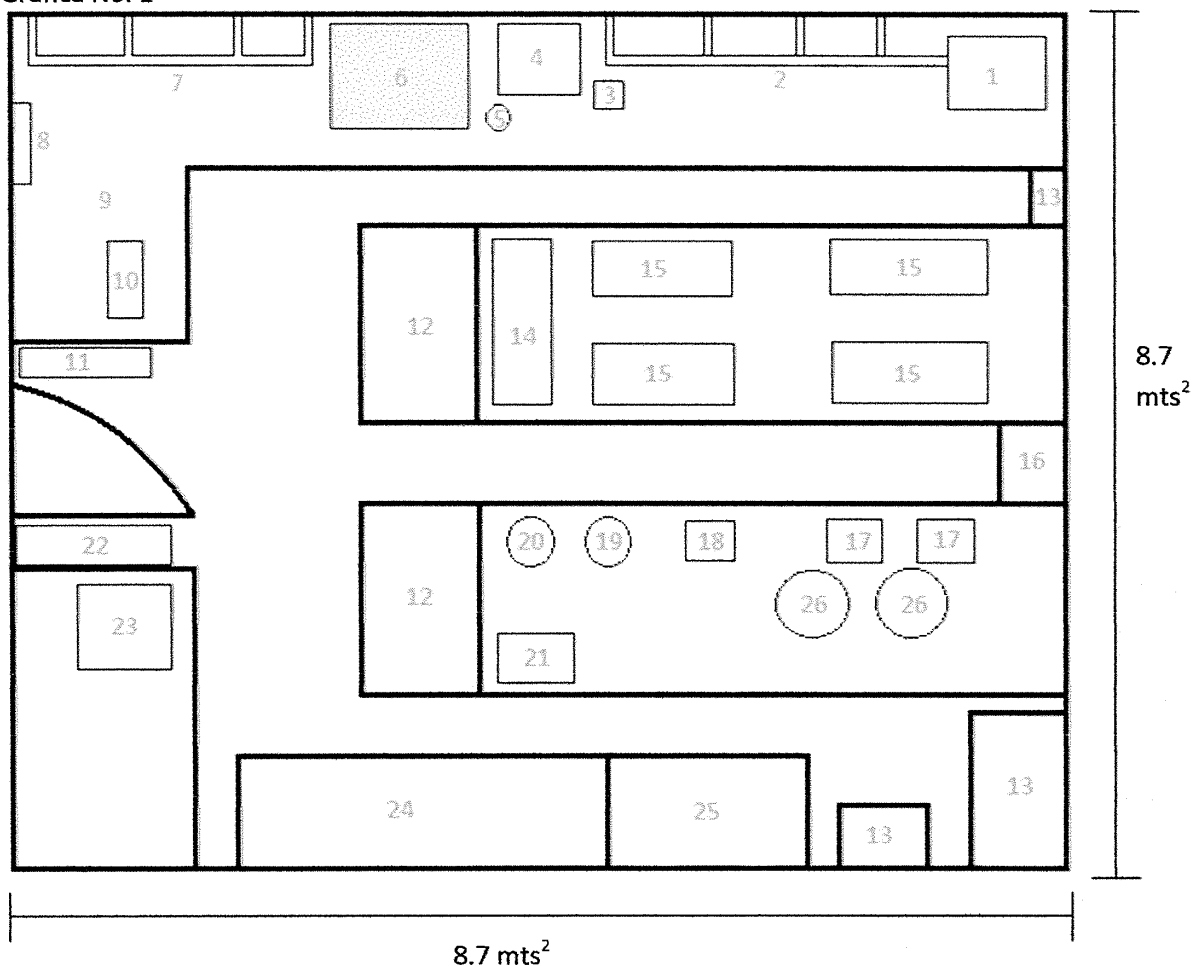
Cuadro No. 1

Lista de comprobación de componentes

		Requerido/ encargado	Efectivo	Desviaciones
1	Modelo/No. De serie	1370FM/084043606	Sí	---
2	Especificaciones	Peso de transporte: 270 lbs Peso neto: 158 lbs Dimensión ext.: 32.5x28x36.5" Dimensión int.: 23x20x18.5" Capacidad: 5 pies ³ Rango de T°: arriba de 40 a 240°C Uniformidad: ± 1.5°C a 150°C Recuperación: 6 min a 150°C	Sí	---
3	Manual/folleto	Manual de instalación y operación	Sí	---
4	Planos	Adjunto y el manual	Sí	---
5	Alambres/ cable	Corriente Eléctrica	Sí	---
6	Corrientes, fusibles	110-120V	Sí	---
7	PEO de operación PEO de mantenimiento PEO de calibración(o del manual)	<ul style="list-style-type: none"> • Procedimiento para la operación del horno de convección horizontal 1370FM. • Procedimiento para el mantenimiento y almacenamiento del horno de convección horizontal 1370FM. • Procedimiento para la calibración del control principal de temperatura del horno de convección horizontal 1370FM. 	Sí	---
8	Controles de entrada/salida	Panel de Control: Interruptor de encendido, interruptor de tiempo, termostato de seguridad de sobret temperatura, botón de reinicio, controlador de temperatura inicial, control de temporizador.	Sí	---
9	Requisitos ambientales	Ninguno	--	---
10	Equipo o instrumentos de prueba	Ninguno	--	---
11	Servicios básicos y Generales	Suministro eléctrico 110-120V	Si	---
12	Lista de repuestos, número de partes y proveedor	---	--	---
13	Otra información	---	--	---

PLANO LIPRONAT

Gráfica No. 1



- | | |
|------------------------------------|---------------------------|
| 1. Chiller | 14. Liofilizador |
| 2. Extracción de aceites y reflujo | 15. Rotavapor |
| 3. Sonificador | 16. Campana de extracción |
| 4. Mufla | 17. Balanza |
| 5. Vortex | 18. Balanza de desecado |
| 6. Horno de convección forzada | 19. Agua potable |
| 7. Percolador | 20. Agua desmineralizada |
| 8. Caja de fusibles | 21. Horno desecador |
| 9. Área de prueba de tubos | 22. Archivo |
| 10. UV visible | 23. Computadora |
| 11. Locker - Pipetas | 24. Locker de reactivos |
| 12. Lavamanos | 25. Locker de varios |
| 13. Refrigerador | 26. Desecador |

Operación:

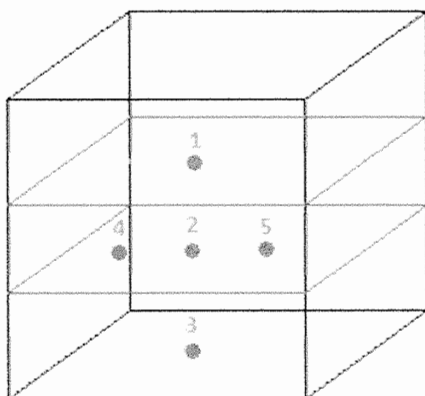
Resultados de Calibración de Horno de Convección por MERCK S.A.

Cuadro No. 2 Prueba de estabilidad

	Punto 1(°C)	Punto 2(°C)
Punto Analizado	40	150
Valor obtenido	± 0.45	±1.35

Prueba de Uniformidad:

Gráfica No. 2 Puntos de control



Cuadro No.3 Determinación de puntos de control

Punto de medición	Punto 1(°C)	Punto 2(°C)
	40	150
1	40.1	150.0
2	40.2	149.2
3	41.0	147.5
4	40.1	149.7
5	40.2	150.2

Cuadro No. 4 Uniformidad de Horno de Convección 1370FM

Temperatura Analizada	Uniformidad del horno (± °C)
40	0.461
150	1.354

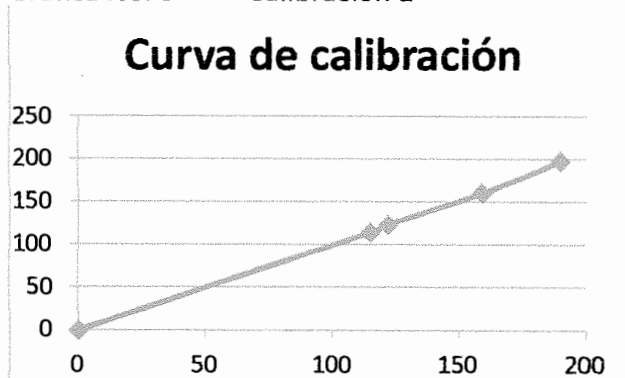
Calibración de Termómetro de mercurio

Termómetro 1

Cuadro No. 5 Calibración 1

Sustancia	Teorico °C	Media °C
Hielo	0	0
Acetanilida	115	115
Acido benzoico	122	124
Acido salicílico	159	161
Acido succínico	190	198

Gráfica No. 3 Calibración 1



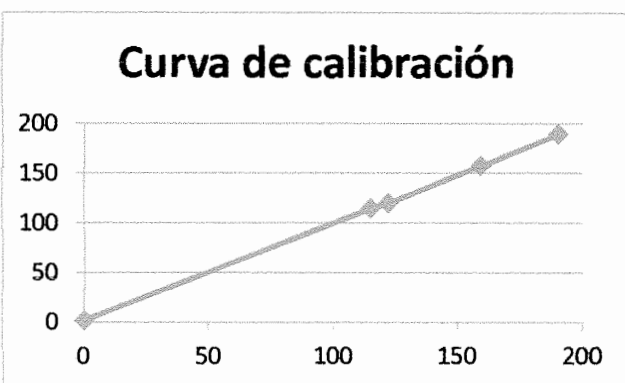
Ecuación de la curva Termómetro 1: $x = \frac{y+1.404}{1.032}$

Termómetro 2

Cuadro No. 6 Calibración 2

Sustancia	Teorico °C	Media °C
Hielo	0	2
Acetanilida	115	115
Acido benzoico	122	120
Acido salicílico	159	158
Acido succínico	190	190

Gráfica No. 4 Calibración 2



Ecuación de la curva Termómetro 2: $x = \frac{y-1.409}{0.986}$

Se incluyen resultados de 2 termómetros debido a que se utilizaron 2 termómetros diferentes a lo largo del estudio debido a que hubo un percance con el termómetro 1 y se debió usar un nuevo termómetro.

Cuadro No. 7 Dimensiones del Horno, Rango de T°C y Uniformidad:

Equipo	Dimensiones	Rango T°	Uniformidad
Horno de Convección Horizontal 1370FM	Peso de transporte: 270 lbs Peso neto: 158 lbs Dimensión ext.: 32.5x28x36.5" Dimensión int.: 23x20x18.5" Capacidad: 5 pies ³	Arriba de 40 a 240°C	± 1.5°C a 150°C
Cumple/No cumple	Cumple	Cumple	Cumple

Cuadro No. 8 Resultados de la calificación operativa

Pto.	Datos de salida	Resultados/medición									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	Se encuentra situado en la primera bandeja del centro a la izquierda, donde la temperatura deberá estar en 150°C ± 1.5°C	147°C	149°C	149°C	153°C	151°C	151°C	151°C	150°C	150°C	151°C
2	Se encuentra situado en la primera bandeja del centro a la derecha, donde la temperatura deberá estar en 150°C ± 1.5°C	147°C	149°C	149°C	153°C	151°C	151°C	151°C	150°C	150°C	151°C
3	Se encuentra situado en el centro en la segunda bandeja, debería estar a 150°C ± 1.5°C	147°C	149°C	149°C	153°C	151°C	151°C	150°C	151°C	149°C	151°C
4	Se encuentra situado en la parte baja del horno del centro a la izquierda, donde la temperatura deberá estar en 150°C ± 1.5°C	147°C	149°C	153°C	151°C	151°C	150°C	151°C	151°C	149°C	151°C
5	Se encuentra situado en la parte baja del horno del centro a la derecha, donde la temperatura deberá estar en 150°C ± 1.5°C	147°C	149°C	155°C	151°C	151°C	151°C	151°C	151°C	149°C	151°C
Fecha		8/2012	8/2012	9/2012	9/2012	10/201	10/201	10/201	11/201	11/201	11/201

*Datos: Temperatura corregida por la curva del termómetro, la medición 1-5 termómetro 1, la medición de 6-10 termómetro 2. Los puntos del 1-5 son los diagramados en la gráfica No. 2, las mediciones se realizaron cada 2 semanas en 6 meses. Calentando el horno 6 horas a 200°C y luego bajarlo a 150°C dejándolo 1 hora y tomar la lectura.

Cuadro No. 9 Resultados estadísticos de calificación operativa

Punto	Media	Dispersión de resultados	Incertidumbre estándar	Coefficiente de variación
1	150.2°C	1.62	0.51	0.01 = 1%
2	150.2°C	1.62	0.51	0.01 = 1%
3	150.1°C	1.66	0.53	0.01 = 1%
4	150.3°C	1.63	0.52	0.01 = 1%
5	150.6°C	2.06	0.65	0.01 = 1%

Se muestran los resultados estadísticos obtenidos para cada punto de referencia a 150°C en la calificación operativa.

Funcionamiento:

Cuadro No. 10 Resultados de la Calificación de Funcionamiento

Temperatura	Puntos	Media	Media de cada temperatura	Intervalo de confianza $p=0.05$
35°C IC 95%	1	39.47	39.33	39.19 - 39.47
	2	39.43		
	3	39.40		
	4	39.13		
	5	39.23		
36°C IC 95%	1	40.47	40.30	40.13 - 40.46
	2	40.53		
	3	40.43		
	4	40.03		
	5	40.03		
37°C IC 95%	1	41.83	41.77	41.62 - 41.91
	2	42.03		
	3	41.90		
	4	41.50		
	5	41.57		
38°C IC 95%	1	42.03	41.93	41.76 - 42.10
	2	42.07		
	3	42.20		
	4	41.73		
	5	41.60		
39°C IC 95%	1	42.57	42.71	42.52 - 42.89
	2	42.93		
	3	43.00		
	4	42.47		
	5	42.60		
40°C IC 95%	1	43.03	43.38	43.18 - 43.58
	2	43.43		
	3	43.63		
	4	43.43		
	5	43.40		

Se realizaron 30 mediciones por qué es lo mínimo que puede realizarse estadísticamente para que los datos se acerquen a una distribución normal y aquí se presenta el resumen con la media de estas mediciones, en el anexo B se encuentran los resultados completos. El termómetro 1 se utilizó en las mediciones de 1-12 y el termómetro 2 en las mediciones de 13-30.

Debido a que se realizó un estadístico de prueba y ninguna hipótesis nula se acepta, se aceptaron las hipótesis alternas y se calculó el promedio para cada temperatura y el intervalo para $p = 0.05$. El estadístico de prueba se adjunta en el Anexo C

Cuadro No. 12 Resultados estadísticos de calificación de funcionamiento

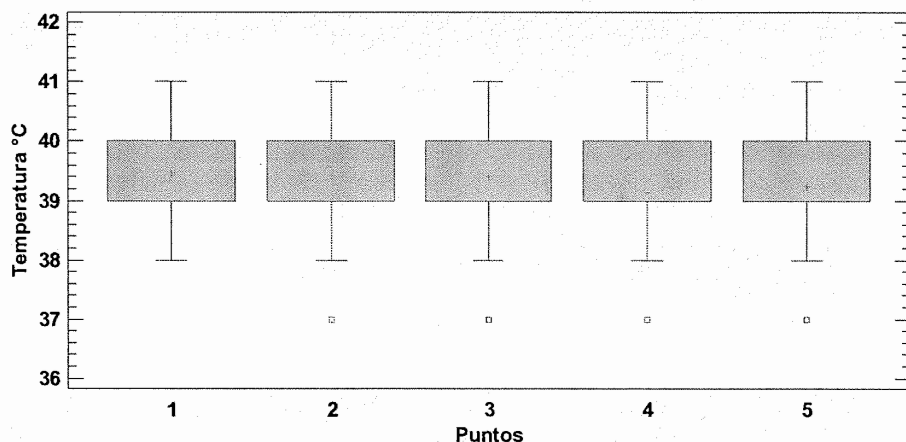
Temperatura	Puntos	Media	Dispersión de resultados	Incertidumbre estándar
35°C	1	39.47	0.78	0.14
	2	39.43	0.90	0.16
	3	39.40	0.81	0.15
	4	39.13	0.94	0.17
	5	39.23	0.97	0.18
36°C	1	40.47	0.94	0.17
	2	40.53	1.01	0.18
	3	40.43	0.93	0.17
	4	40.03	1.13	0.21
	5	40.03	1.10	0.20
37°C	1	41.83	1.02	0.19
	2	42.03	0.85	0.15
	3	41.90	0.92	0.17
	4	41.50	0.86	0.16
	5	41.57	0.90	0.16
38°C	1	42.03	1.00	0.18
	2	42.07	1.01	0.18
	3	42.20	1.09	0.20
	4	41.73	1.14	0.21
	5	41.60	1.07	0.19
39°C	1	42.57	1.19	0.22
	2	42.93	1.05	0.19
	3	43.00	1.11	0.20
	4	42.47	1.17	0.21
	5	42.60	1.22	0.22
40°C	1	43.03	1.24	0.23
	2	43.43	1.10	0.20
	3	43.63	1.45	0.26
	4	43.43	1.19	0.22
	5	43.40	1.35	0.25

Resultados estadísticos obtenidos en cada punto de referencia, en las temperaturas de 35° a 40°C

Gráficas de resultados estadísticos de calificación funcional

Gráfica No. 5

35°C

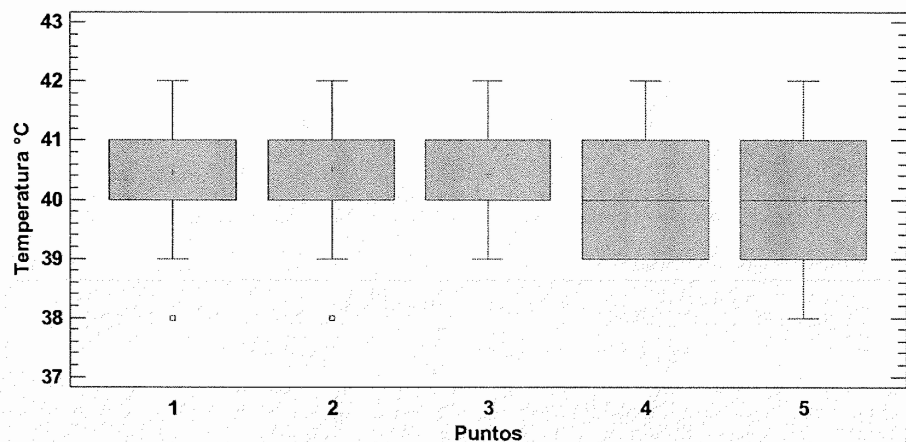


Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, uno para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior, cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la

mediana de cada muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó por debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por abajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 6 puntos alejados pero no hay puntos muy alejados.

Gráfica No. 6

36°C

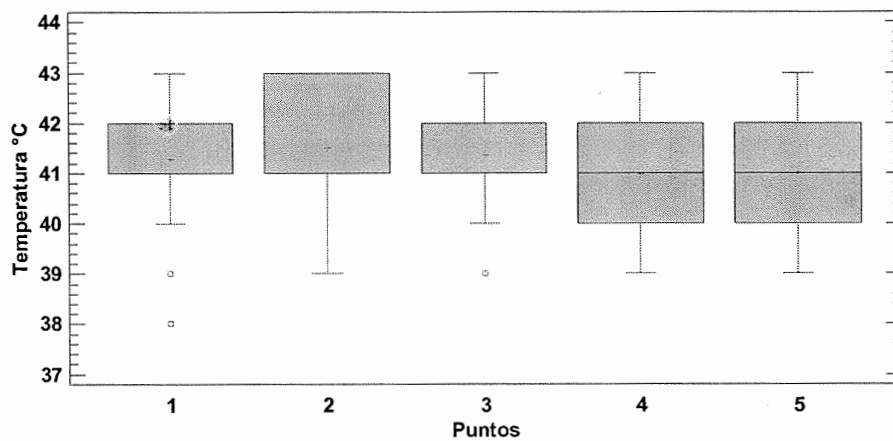


Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, uno para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior, cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la mediana de cada

muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó por debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por abajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 2 puntos alejados pero no hay puntos muy alejados.

Gráfica No. 7

37°C

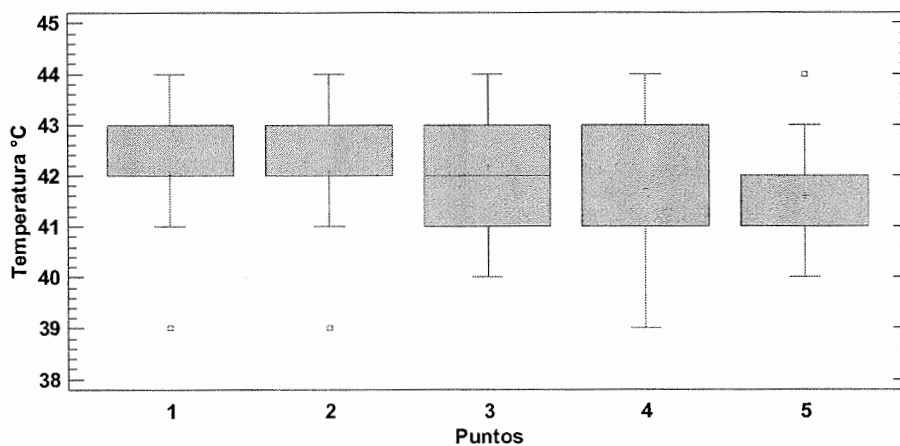


Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, una para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior,

cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la mediana de cada muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó por debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por abajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 3 puntos alejados pero no hay puntos muy alejados.

Gráfica No. 8

38°C

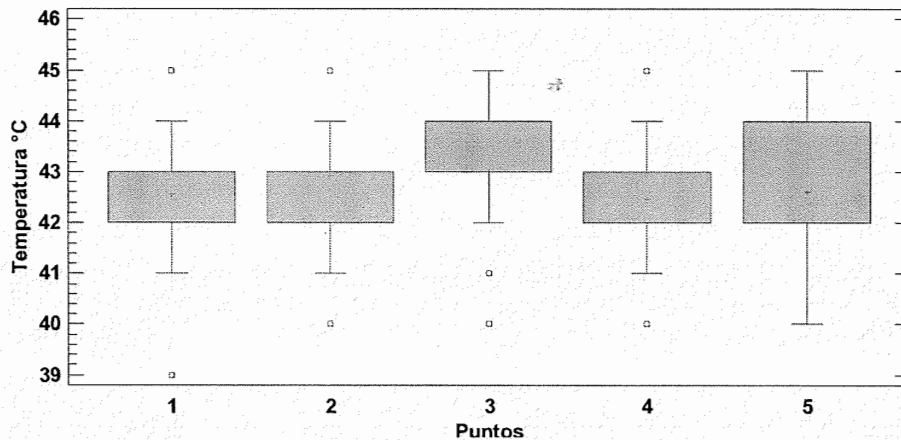


Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, una para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior,

cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la mediana de cada muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó por debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por debajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 4 puntos alejados pero no hay puntos muy alejados.

Gráfica No. 9

39°C

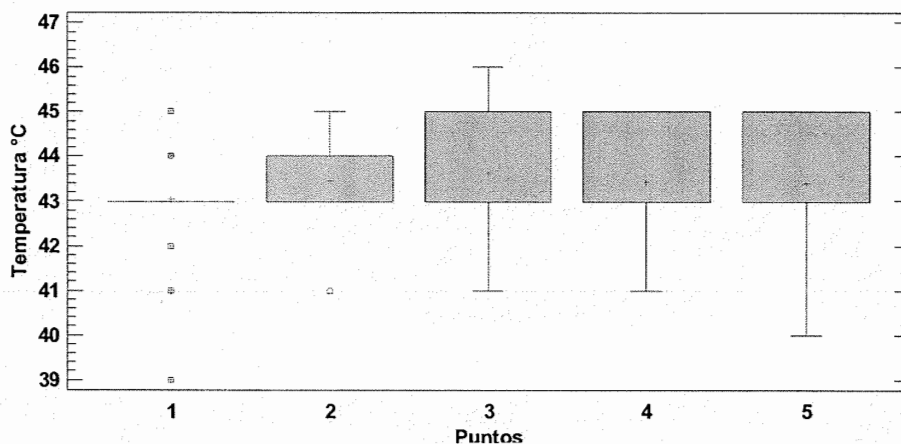


Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, uno para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior, cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la mediana de cada

muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó por debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por abajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 10 puntos alejados pero no hay puntos muy alejados.

Gráfica No. 10

40°C



Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, uno para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior, cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la

mediana de cada muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó por debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por debajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 2 puntos alejados y 12 puntos muy alejados. La presencia de puntos muy alejados puede indicar valores aberrantes ó una distribución altamente sesgada.

9 DISCUSIÓN

El Horno de Convección Horizontal 1370FM es uno de los equipos de mayor uso en el Laboratorio de Investigación de Productos Naturales –LIPRONAT–, debido a que para obtener el extracto de cada materia prima vegetal, ésta debe ser desecada. Por la cantidad de proyectos y análisis llevados a cabo por el equipo, se mantiene en uso todo el día los 5 días laborales, de LIPRONAT. El desecar la materia prima vegetal es un paso importante en la investigación que se esté llevando a cabo en el laboratorio pues las enzimas hidrolíticas actúan con porcentajes de humedad por encima de 10%. (farmacopea española 2002)

Tomando en cuenta que el manual de calidad de –LIPRONAT– indica los procedimientos necesarios para la acreditación, el Horno de Convección debe cumplir al menos con los requisitos del manual del fabricante.

Para la calificación del Horno de Convección se desarrollaron los protocolos de calificación de instalación, operación y funcionamiento, basándose en lo sugerido por la OMS en la “Guía de la OMS sobre los requisitos de las prácticas adecuadas de fabricación. Segunda parte: Validación”. Se realizaron las modificaciones correspondientes de acuerdo a las necesidades de LIPRONAT.

El protocolo propuesto para cada calificación facilita la recolección y toma de datos, se incluye toda la información necesaria para llevar a cabo la calificación. Además es una guía útil porque se encuentra secuenciada en instalación, operación y funcionamiento.

En la Calificación de Instalación se identificaron y codificaron cada uno de los componentes y cada pieza del Horno de Convección, para un conocimiento del correcto uso y funcionamiento del mismo.

Se realizó una lista de comprobación de cada componente (cuadro No. 1), para verificar su existencia y ubicación. Se diseñó un plano (gráfico No. 1) para localizar la ubicación del Horno de Convección dentro de LIPRONAT; en él se aprecia que se encuentra en un lugar bien ventilado y con el espacio suficiente para su funcionamiento.

Se redactaron Procedimientos Estándar de Operación - PEO's de operación, mantenimiento y almacenamiento y de calibración del horno como indica el manual de calidad para que los investigadores de LIPRONAT conozcan el correcto uso del mismo.

Para facilitar la consulta se adjuntó el manual del fabricante al protocolo de calificación de instalación y al archivo de LIPRONAT.

El Horno de Convección Horizontal 1370FM debe estar instalado según las especificaciones del fabricante para garantizar su correcta operación, ya que no se obtuvo ninguna desviación en el protocolo de calificación de instalación éste se aprobó y se pasó a realizar la calificación de operación.

Para la calificación de operación el horno debe estar calibrado por un ente certificado por la Organización Guatemalteca de Acreditación OGA, en las temperaturas de operación indicadas por el fabricante en el manual, 150°C y la temperatura de funcionamiento utilizada indicada por el Laboratorio, 40°C. Como se muestra en el Cuadro No. 2 y cuadro No. 4 para la temperatura de 40°C la uniformidad es de ± 0.45 y para 150°C la uniformidad es de ± 1.35 que son menores a ± 1.5 , lo establecido por el fabricante, mostrando un correcto desempeño del horno a dichas temperaturas. El ente certificado determinó los 5 puntos de referencia en los cuales se harán las lecturas de temperatura y realizó lecturas a 40 y 150°C obteniendo el cuadro No. 3, con lecturas aceptadas según la uniformidad indicada por el fabricante. Evaluados los resultados obtenidos en la calibración, se aprobó el funcionamiento del horno y se continuó con la Calificación Operativa

Para hacer las lecturas de la calificación operativa y funcional se debe calibrar el termómetro, para lo cual se utilizó el método adjunto en el anexo B. Se obtienen los resultados del cuadro No. 5 y gráfica No. 3 con los que se calcula la ecuación de la curva para el termómetro 1. Debido a inconvenientes técnicos se debió calibrar otro termómetro, obteniendo el cuadro No. 6 y la gráfica No. 4 con los que se calcula la ecuación de la curva para el termómetro 2. Con las ecuaciones de la curva de calibración se corrigen los datos de las lecturas realizadas a las distintas temperaturas. Se verifican las variantes que intervienen en la Calificación de Operación, como las dimensiones del

horno, el rango de T°C al que está indicado que trabaja y la uniformidad establecida por el fabricante.

Para la Calificación de Operación la temperatura indicada por el fabricante es 150°C que se encuentra en medio del rango de funcionamiento establecida por el fabricante de 40° a 240°C.

Se realizaron 10 mediciones de temperatura cada 2 semanas por 5 meses, dejando precalentar el horno al menos 6 horas a 200°C y luego disminuyendo a 150°C una hora antes de utilizarlo, para agilizar el proceso pues el fabricante estableció un periodo de 10 horas para alcanzar esta temperatura.

En el cuadro No. 8 se muestran las temperaturas que cumplen con la uniformidad indicada por el fabricante. Con los resultados obtenidos de las 10 lecturas se calculó la media, la dispersión de resultados, la incertidumbre estándar y coeficiente de variación en cada uno de los 5 puntos como se muestra en el cuadro No. 9.

El fabricante establece una incertidumbre de ± 1.5 , los resultados del cuadro No. 9 cumplen con este parámetro para los 5 puntos monitoreados. Se calculó el coeficiente de variación para los 5 puntos monitoreados y se estableció un valor de 1% lo que indica que es capaz de mantener la temperatura constante. En base a estos resultados se aprueba la calificación de operación.

Aprobada la Calificación de Operación se continúa con la Calificación de Funcionamiento, en la que se verificó el PEO "Procedimiento para la operación del Horno de Convección Horizontal 1370FM" con el que los investigadores pueden hacer un correcto uso del horno. Se realizaron 30 mediciones que son las mínimas que se pueden utilizar para acercarse a una distribución normal en los 5 puntos indicados en la calibración del horno, con temperaturas que van desde 35° a 40°C dentro de las cuales 40°C es la temperatura de uso del Horno de Convección (cuadro No. 10). Debido a la variación que se demuestra en los resultados obtenidos de la temperatura programada, se hizo un estadístico de prueba para calcular el intervalo de confianza en cada temperatura de 35° a 40°C, con una confianza de 95%.

Se realizó análisis estadístico para determinar, media, dispersión de resultados e incertidumbre estándar para cada temperatura de 35° a 40°C en los 5 puntos de referencia obteniendo los resultados incluidos en el cuadro No. 12; donde se observó que para cada temperatura los resultados obtenidos en la media son mayores a los que se programaron, la dispersión de resultados para cada punto en las distintas temperaturas no se aleja de la media, se calculó además la incertidumbre comparándola con la referencia de ± 1.5 indicada por el fabricante donde se observó que se encuentra debajo del dato planteado como referencia. En las gráficas de cajas y bigotes No. 5 a No. 10 se aprecia gráficamente los resultados obtenidos del análisis estadístico realizado en el cuadro No.12.

Los resultados fuera de los rangos esperados pueden deberse a que el horno tienen un rango de temperatura que va desde 40°C a 240°C, por lo que temperaturas menores a 40°C no son estables según el fabricante. Para obtener una temperatura de 40°C como lo necesita LIPRONAT, se debe ajustar la temperatura programada en la pantalla del horno, según los resultados obtenidos por el estadístico de prueba que posee un error menor al 5%, cuando se programar el horno a 35°C se obtiene una temperatura interior menor a 40°C el 95% de las veces, en los diferentes puntos de control.

Al aumentar la temperatura los puntos de control que se mantienen más estables son el no. 1 y 2 en 35°C y 36°C, por lo que se recomienda colocar la materia vegetal sensible al centro de las bandejas 1 y 2. En cambio en las temperaturas de 37°C a 40°C los 5 puntos de control varían de considerablemente por lo que es mejor colocar la materia vegetal al centro de las bandejas 1 y 2.

Aunque existen diferencias significativas entre la temperatura programada y la temperatura real dentro del horno, se observa nuevamente con los resultados obtenidos en la dispersión de resultados y en la incertidumbre estándar, la capacidad del horno para mantener una temperatura constante.

A pesar de que al programar 40°C en el horno no se obtiene la temperatura esperada, en el presente estudio se ha evidenciado con datos numéricos y estadísticos que al

programarlo a 35°C se obtiene una temperatura interior homogéneamente distribuida de 40°C por lo que puede utilizarse para el secado de materia vegetal en las diferentes investigaciones que se llevan a cabo en LIPRONAT.

El presente trabajo cumple con los requisitos de la norma 17025:2005 para calificación de equipos.

10 CONCLUSIONES

- Se desarrolló un protocolo útil, eficaz e informativo para la calificación de instalación, operación y funcionamiento en base a los lineamientos establecidos por la OMS.
- El Horno debe cumplir con los requerimientos del manual de calidad de LIPRONAT por lo que como mínimo debe cumplir con los requerimientos propuestos por el fabricante.
- El Horno de Convección horizontal 1370FM se encuentra instalado correctamente y cumple las especificaciones de compra y del manual del fabricante.
- Se identificó cada componente y pieza del Horno de Convección, su ubicación dentro de LIPRONAT para aprobar su correcta instalación.
- Se calibró el Horno de Convección por un ente certificado por la Organización Guatemalteca de Acreditación OGA, a la temperatura de operación 150°C según el fabricante y 40°C la temperatura a la cual se usa el Horno de Convección en LIPRONAT.
- Se determinaron los 5 puntos de referencia necesarios en la calificación de operación y funcionamiento por el ente certificado en la calibración del horno.
- Analizando la media, desviación estándar y la incertidumbre de 10 mediciones se aprueba la calificación de operación debido a que las lecturas a 150°C no se encuentran fuera de los límites sugeridos por el fabricante.
- Los resultados obtenidos en la calificación de funcionamiento se encuentran fuera de los límites de temperatura del Horno por lo que se deben realizar correcciones de temperatura.
- Al analizar estadísticamente los resultados obtenidos en la calificación de funcionamiento, los datos muestran una media constante, una desviación mínima y una incertidumbre lineal, que indican temperaturas estables.
- Para obtener una temperatura interior de 40°C se debe programar el horno a 35°C.

- El horno se puede usar para secar materia prima vegetal debido a que se puede obtener una temperatura estable de 40°C en el interior del mismo.
- Los puntos de control más estables son el no. 1 y 2 en el rango de 35° a 40°C.
- Con el desarrollo del protocolo para la calificación del horno se contribuyó con el cumplimiento de uno de los requisitos de la norma 17025:2005 "Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración".

11 RECOMENDACIONES

- Realizar una calibración periódica del Horno de Convección, por un ente certificado por la Organización Guatemalteca de Acreditación para asegurar la estabilidad de la temperatura a la que se usa el horno de convección 1370FM.
- Verificar continuamente que las condiciones de instalación sean las adecuadas ya que pueden ser desatendidas fácilmente.
- Los auxiliares de LIPRONAT deben conocer el funcionamiento adecuado del horno de convección así como también el manual del horno.
- Las materias vegetales con mayor sensibilidad a la temperatura deben colocarse únicamente en los puntos 1 y 2 dentro del horno de convección horizontal 1370FM para asegurar la integridad de su composición.

12 REFERENCIAS

- Aguilar, F. (2004). *Diseño de un modelo internacional para la acreditación del laboratorio de la Universidad Rafael Landívar conforme la Norma ISO/IEC 17025*. Universidad Rafael Landívar. Guatemala
- Archila, C (2009). *Implementación de un sistema de gestión de la calidad basado en la norma ISO/IEC 17025 "requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración" en un laboratorio de análisis*. Universidad Rafael Landívar. Guatemala. 30 pp.
- Comisión Guatemalteca de Normas. Consultado: Enero 21, 2012. De <http://www.coguanor.gob.gt/index.php?id=13>
- Comisión Guatemalteca de Normas. (2005). *Norma Técnica Guatemalteca. COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025:2005. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*. Guatemala.
- Fariña, C. (2006). *Calificación de equipos que participan en el proceso de encapsulación y en el sistema de calefacción, ventilación y aire acondicionado*. Universidad de Chile. Chile. 50 pp.
- Fuentes, M. (2011) *"Comparación de los perfiles de disolución de Clorhidrato de Metformina tabletas de 850mg entre genéricos de producción guatemalteca distribuidos por farmacias comerciales y el producto innovador*. Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala. 71p.
- García, J. (2010). *Propuesta de procedimientos de calificación de maquinaria y equipo usado en la industria farmacéutica, en las áreas de acondicionamiento primario para productos farmacéuticos, con base a los requerimientos establecidos en el informe 32 de la O.M.S*. Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala. 148 pp.

- Guerra, L. (2011) *Evaluación del Laboratorio de Investigación en Productos Naturales – LIPRONAT- según la Norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025*. Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala. 50 pp.
- International Organization for Standardization. (2005) *Norma Internacional ISO 17025 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*. ISO. Suiza. 38 pp.
- Lipronat (Laboratorio de Investigación de productos Naturales). 2012. Universidad de San Carlos de Guatemala.
- López, A. (2004). *Lineamientos para la acreditación de la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración según ISO 17025*. Universidad de San Carlos de Guatemala.
- Meza, M. (2010). *Calificación de equipos de fabricación de fármacos sólidos de una industria farmacéutica*. Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala. 220 pp.
- OGA (Oficina Guatemalteca de Acreditación). *Acerca de la OGA*. Consultado Enero 21, 2012, de <http://www.oga.org.gt>
- OGA (Oficina Guatemalteca de Acreditación). *Oficina Guatemalteca de Acreditación: Información General*. Guatemala, Ministerio de Economía. Consultado 24 de Junio de 2012. Disponible: http://oga.org.gt/informacion_general.html
- OGA (Oficina Guatemalteca de Acreditación). *Listado de Laboratorios Acreditados. Laboratorios de Análisis. Conforme la norma ISO/IEC 17025:2005*. Consultado Enero 21, 2012 de http://www.oga.org.gt/organismos_acreditados.html
- OGA (Oficina Guatemalteca de Acreditación). (2006). *Guía General de Información. (en línea)*. Guatemala, Ministerio de Economía. Consultado 24 de Junio de 2012. Disponible: <http://www.oga.org.gt/images/files/File/OGA-GGE-005.pdf>
- OMS. (Organización Mundial de la salud) (1998). *Guía de la OMS sobre los requisitos de las prácticas adecuadas de fabricación (PAF): Primera parte: Procedimientos de operación normalizados y fórmulas maestras*. Organización Mundial de la Salud. OMS. Suiza. 184 pp.

- OMS (Organización Mundial de la Salud). (1998). *Guía de la OMS sobre los requisitos de las prácticas adecuadas de fabricación (PAF), segunda parte: validación*. Suiza. Organización Mundial de la Salud. 158p.
- OMS (Organización Mundial de la Salud). (1992). *Comité de Expertos de la OMS en Especificaciones para las Preparaciones Farmacéuticas: Prácticas adecuadas para la fabricación de productos farmacéuticos. 32° informe*. Suiza. Organización Mundial de la Salud. 115p.
- Osorio, A. (2009). *Guía para la instalación, calificación y mantenimiento de sistema de cromatografía dentro de un laboratorio acreditado ISO 17025*. Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala. 84 pp.
- Ovalle, M. (2008). *Proyecto de implementación de procedimientos básicos de operación estandarizada (POE'S), bajo las normas ISO 9001:2000 e ISO 17025 para el Instituto Nacional de Ciencias Forenses de Guatemala*. INACIF. Universidad Mariano Gálvez. Guatemala.
- Paiz, L. (2008). *Implementación de la norma ISO 17025:1999 para los laboratorios de prueba y metrología industrial, de una empresa que diseña equipos de refrigeración comercial*. Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala.
- Real farmacopea española (2002). 2ª Ed. Madrid: Ministerio de Sanidad y Consumo.
- Sáez, S, & Font, L. (2001). *Incertidumbre de la Medición: Teoría y Práctica: Proceso de Estimación de la Incertidumbre Estándar*. L&S Consultores C.A. Venezuela. 88pp.
- Saravia, A. et al. (2003). *Documento de Constitución de Unidad de Investigación. Escuela de Química Farmacéutica*. Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia, Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala
- SL (Sheldon Manufacturing). (2011). *Hornos de laboratorio de aire forzado: 1370FM Horno de flujo de aire horizontal. (en línea)*. EUA, Sheldon Manufacturing. Consultado 24 de febrero de 2012. Disponible <http://www.shellab.com/store/lab-products/SHELLAB-1370FM-Horizontal-Airflow-Oven>

ANEXOS A

CALIFICACIÓN DE INSTALACIÓN - CI

FORMATO PARA EL PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN DE LA INSTALACIÓN

En el siguiente formato se describen los requisitos de una calificación de instalación para equipo y sistemas de equipo. Este formulario proporciona la información necesaria para redactar un PEO titulado "cómo efectuar una calificación de la instalación".

Protocolo de validación No. 1

Calificación de instalación

Título Calificación de instalación del Horno de Convección Horizontal 1370FM

Protocolo redactado por Christy Amarilis Tavico Pérez

Aprobado por Licda. Aylin Santizo Fecha Octubre 2012

Aprobado por Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Objetivo:

Asegurar que el Horno de Convección horizontal 1370FM instalado cumpla las especificaciones de compra y la información del manual "Hornos controlados por microprocesador": Manual de Instalación y Operación proporcionado por el fabricante, y reunir información documental de que el Horno de Convección horizontal 1370FM cumple las especificaciones.

Alcance:

Deberá efectuarse en el momento de la instalación, modificación o cambio de ubicación.

Responsabilidad

La persona que realice la instalación efectuará la calificación y registrará los datos.

El personal encargado verificará los registros y redactará el informe.

El Coordinador del laboratorio en funciones examinará y aprobará el protocolo e informe de la Calificación de Instalación.

Vigencia

El protocolo de Calificación de Instalación estará vigente mientras no exista otro que lo sustituya, se modifique su instalación o alguno de sus componentes.

Equipo Horno de Convección Horizontal 1370FM Código No. FOD 42-06 000HA749

Formato 1

a. Descripción del Horno de Convección Horizontal 1370FM que se instala: Descripción general de la función y los componentes principales.

El Horno de Convección Horizontal 1370FM posee dimensiones exteriores de 32.5x28x36.5", dimensiones internas de 23x20x18.5", capacidad de 5 pies³, peso neto de 158 lbs, con un rango de temperatura que va desde 40°C a 240°C, uniformidad de ±1.5 a 150°C y con suministro eléctrico de 110-120V.

b. Lista de componentes principales

- | | | |
|-----|--|------------------------------|
| 1. | <u>Bandejas de plástico</u> | Código No. <u>001 al 015</u> |
| 2. | <u>Bandeja de acero</u> | Código No. <u>017 al 019</u> |
| 3. | <u>Cámara interior</u> | Código No. <u>020</u> |
| 4. | <u>Cordón eléctrico</u> | Código No. <u>021</u> |
| 5. | <u>Panel de control</u> | Código No. <u>022</u> |
| 6. | <u>Interruptor de encendido</u> | Código No. <u>023</u> |
| 7. | <u>Interruptor de tiempo</u> | Código No. <u>024</u> |
| 8. | <u>Termostato de seguridad de sobret temperatura</u> | Código No. <u>025</u> |
| 9. | <u>Botón de reinicio</u> | Código No. <u>026</u> |
| 10. | <u>Controlador de temperatura inicial</u> | Código No. <u>027</u> |
| 11. | <u>Control de temporizador</u> | Código No. <u>028</u> |

c. Descripción de cualquier servicio básico de apoyo (cañeras, conexiones, suministros de agua).

- | | | |
|----|----------------------------------|-----------------------|
| 1. | <u>Suministro eléctrico 120V</u> | Código No. <u>016</u> |
| 2. | <u></u> | Código No. <u></u> |

Procedimiento

Preparar una lista de comprobación de todos los componentes y partes, según las especificaciones del fabricante. (Formato 1)

Registrar la información de cada una de las partes, componentes, equipo auxiliar, instalaciones de apoyo, etc., y compararla con las especificaciones del fabricante. (Formato 1 y Formato 2)

Registrar cualquier desviación observada en el equipo. (Formato 3)

Preparar un informe de desviaciones en el que se incluya la justificación de la aceptación y el impacto sobre la función. (Formato 3)

Preparar un informe de calificación de la instalación: éste deberá incluir la fecha en que comenzó el estudio, fecha en que terminó, observaciones, problemas observados, integridad de la información reunida, resumen del informe de desviaciones, resultados de cualquier prueba efectuada, datos de muestra, si se considera adecuado, ubicación de los datos originales, otra información pertinente al estudio, y conclusiones sobre la validez de la instalación. (Formato 4)

El informe se presentará al Coordinador del laboratorio en funciones para su examen y aprobación.

Protocolo de validación 1 Calificación de la instalación Horno 1370FM pág. 4 de 7
 Título Calificación de instalación del Horno 1370FM Nombre del establecimiento LIPRONAT

Formato 2

Lista de comprobación para el componente No. 1 Nombre Horno 1370FM

Código No. FOD42-06000HA749 Función del componente: Secado de materia prima vegetal

		Requerido/ encargado	Efectivo	Desviaciones
1	Modelo/No. De serie	1370FM/084043606	Sí	---
2	Especificaciones	Peso de transporte: 270 lbs Peso neto: 158 lbs Dimensión ext.: 32.5x28x36.5" Dimensión int.: 23x20x18.5" Capacidad: 5 pies ³ Rango de T°: arriba de 40 a 240°C Uniformidad: ± 1.5°C a 150°C Recuperación: 6 min a 150°C	Sí	---
3	Manual/folleto A.1	Manual de instalación y operación	Sí	---
4	Planos A.2	Adjunto y el manual	Sí	---
5	Alambres/ cable	Corriente Eléctrica	Sí	---
6	Corrientes, fusibles	110-120V	Sí	---
7	PEO de operación A.3 PEO de mantenimiento A.4 PEO de calibración(o del manual) A.5	<ul style="list-style-type: none"> • Procedimiento para la operación del horno de convección horizontal 1370FM. • Procedimiento para el mantenimiento y almacenamiento del horno de convección horizontal 1370FM. • Procedimiento para la calibración del control principal de temperatura del horno de convección horizontal 1370FM. 	Sí	---
8	Controles de entrada/salida	Panel de Control: Interruptor de encendido, interruptor de tiempo, termostato de seguridad de sobretemperatura, botón de reinicio, controlador de temperatura inicial, control de temporizador.	Sí	---
9	Requisitos ambientales	Ninguno	--	---
10	Equipo o instrumentos de prueba	Ninguno	--	---
11	Servicios básicos y Generales	Suministro eléctrico 110-120V	Si	---
12	Lista de repuestos, número de partes y proveedor	---	--	---
13	Otra información	---	--	---

Efectuado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Agosto 2012

Desviaciones: Ninguna

Aprobado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Formato 3. Informe de desviaciones:

Desviaciones:

El estudio para la calificación de instalación se llevo a cabo del día 29 al 31 de Agosto de 2012, se realizaron 3 verificaciones en los días indicados, en diferentes momentos del día, con la misma lista, los resultados obtenidos se muestran en el formato 2, en donde no se encontraron desviaciones según lo especificado según el manual del fabricante

Justificación de la aceptación:

Debido a que en las tres verificaciones realizadas los días 29, 30 y 31 de Agosto no se encontraron desviaciones, se cumplía con lo solicitado por el la lista del formato 2 y las recomendaciones del fabricante. Se acepta el protocolo de calificación de instalación debido a que los requerimientos solicitados, se han cumplido satisfactoriamente.

Impacto sobre la operación:

De acuerdo a lo mencionado anteriormente sobre el cumplimiento con la lista del formato 2 de la calificación de Instalación y las recomendaciones del fabricante verificado en 3 ocasiones, la operación llevada a cabo por el equipo se espera sea la correcta para lo cual se realizaran la calificación de operación y funcionamiento.

Formato 4. **INFORME DE CALIFICACIÓN DE INSTALACIÓN**

Fecha de inicio de estudio	Agosto 2012	Fecha de finalización de estudio	Septiembre 2012
-----------------------------------	-------------	---	-----------------

OBSERVACIONES

La instalación del Horno de Convección es la adecuada, debido a que se realizaron 3 verificaciones de la instalación en días distintos, se pudo concluir que está sobre una superficie acondicionada, con el espacio suficiente para el horno, dentro del espacio del Laboratorio de Investigación de Productos Naturales –LIPRONAT–, con el suministro indicado de corriente eléctrica y la ventilación suficiente para no sobrecalentar el equipo.

PROBLEMAS OBSERVADOS

En algunas ocasiones debido a la demanda de trabajo se reduce el espacio en el Laboratorio de Investigación de Productos Naturales –LIPRONAT–, por lo que el horno se encuentra en un espacio reducido, siempre cuidando de no sobrecalentar el equipo y verificando constantemente su buen funcionamiento.

INTEGRIDAD DE LA INFORMACIÓN

La Calificación de Instalación se llevo a cabo tomando en cuenta todos los requerimientos del protocolo, verificando el correcto cuidado del horno y aprobado por la persona encargada de coordinar las actividades en LIPRONAT, por lo que la información recolectada concluye en la aprobación del Protocolo de Calificación de Instalación.

Resultados:

Se detallan todos los componentes del Horno según el fabricante. Ver formato 1

Todos requerimientos solicitados en el Formato 2 se cumplieron, por lo que el horno se encuentra instalado para que funcione en condiciones óptimas.

No existe desviación alguna respecto a la instalación del Horno de Convección 1370FM.

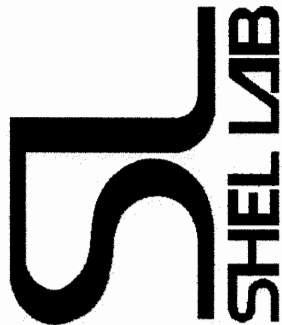
Conclusiones

- El Horno de Convección Horizontal 1350FM cumple con los requisitos solicitados por el protocolo de Calificación de Instalación.
- El Protocolo de Calificación de Instalación se aprueba.

Redactado por: Christy Amarilis Tavico Pérez **Fecha** Septiembre 2012

Aprobación de: Licda. Nereida Marroquín **Fecha** Octubre 2012

Vigencia: El presente protocolo estará vigente mientras no exista otro que lo sustituya, se modifique su instalación o alguno de sus componentes.



ANEXO A.1

TABLE OF CONTENTS

SECTION 1.0	RECEIVING AND INSPECTION
SECTION 2.0	GRAPHIC SYMBOLS
SECTION 3.0	INSTALLATION
SECTION 4.0	PRECAUTIONS
SECTION 5.0	CONTROL PANEL OVERVIEW
SECTION 6.0	OPERATION
SECTION 7.0	MAINTENANCE
SECTION 8.0	TROUBLESHOOTING
SECTION 9.0	PARTS LIST UNIT SPECIFICATIONS SCHEMATICS

MICROPROCESSOR CONTROLLED OVENS

MODELS: 1330FM, 1350FM, 1370FM
1330GM, 1350GM, 1370GM
1330FMS, 1350FMS, 1370FMS
1330GMS, 1350GMS

INSTALLATION AND OPERATION MANUAL

01/11
4861660

Sheldon Manufacturing Inc. P.O. Box 627 Cornelius, Oregon 97113
EMAIL: tech@shellab.com INTERNET: <http://www.Shellab.com/~Shellab>
1-800-322-4897 (503) 640-3000 FAX (503) 640-1366

This unit is a special purpose oven for professional, industrial or educational use where the preparation or testing of materials is done at approximately atmospheric pressure and no flammable volatile or combustible materials are being heated or placed near or on top of unit. This unit is not intended for hazardous or household locations or use.










RECEIVING AND INSPECTION

Your satisfaction and safety require a complete understanding of this unit. Read the instructions thoroughly and be sure that all users are given adequate training before attempting to use this unit. Note: This equipment must be used only for its intended purpose; any alterations or modifications will void your warranty.

- 1.1 **Inspection:** The carrier, when accepting shipment, also accepts responsibility for safe delivery and is liable for loss or damage claims. On delivery inspect for visible exterior damage, note and describe on the freight bill any damage found and enter your claim on the form supplied by the carrier.
- 1.2 Inspect for concealed loss or damage on the unit itself, both interior and exterior. If any, the carrier will arrange for official inspection to substantiate your claim.
- 1.3 **Accessories:** Verify that your accessory package is complete. All units are equipped with a set of four (4) Leveling feet, two (2) shelves and eight (8) shelf clips.
- 1.4 **Return Shipment:** Save the shipping crate until you are sure all is well. If for any reason you must return the unit, contact your customer service representative for authorization and supply data plate information. Make sure to include the model and unit serial number. The service representatives will furnish you with a return authorization number and address for return. Note: Make sure this return authorization number appears on the unit packaging and shipping papers. Units returned without proper authorization may not be accepted at the factory. For information on where to contact Customer Service please see the manual cover.

GRAPHIC SYMBOLS

Your oven is provided with a display of graphic symbols which should help in identifying the use and function of the available user adjustable components.

- | | | |
|------|---|--|
| 2.1 |  | This symbol indicates that you should consult your manual for further description or discussion of a control or user item. |
| 2.2 |  | Indicates "AC Power". |
| 2.3 |  | Indicates "Manual Control". |
| 2.4 |  | Indicates "Timer". |
| 2.5 | °C | Indicates "Degrees Celsius". |
| 2.6 |  | Indicates "Temperature". |
| 2.7 |  | Indicates "Over Temperature Safety". |
| 2.8 |  | Indicates "Earth Ground". |
| 2.9 |  | Indicates "Potential Shock Hazard" behind this panel. |
| 2.10 |  | Indicates "Unit should be recycled" (Not disposed of in land-fill) |

INSTALLATION

Local city, county or other ordinances may govern the use of this equipment. If you have any questions about local requirements, please contact the appropriate local agency. Installation may be performed by the end user.

Under normal circumstance this unit is intended for use indoors, at room temperatures between 5° and 40° C, at no greater than 80% Relative Humidity (at 25°C) and with a supply voltage that does not vary by more than 10%. Customer service should be contacted for operating conditions outside these limits.

3.1 Power Requirements: The unit power requirements are listed on the units data plate located on the right front side of the oven. Make sure your power supply matches that shown on the data plate. **VOLTAGE SHOULD NOT VARY MORE THAN 10% FROM THE DATAPLATE RATING.** These units are intended for 50/60HZ application. A separate circuit is recommended to preclude loss of product due to overloading or circuit failure.

3.2 Location: Select a site for the oven which is free from extreme heat, cold or excessive air movement such as areas near steam radiators, stoves, other ovens, autoclaves, direct sun, heating and cooling ducts, etc. Avoid high traffic areas which may reduce the accessibility to the oven. Allow at least 20cm of space between the oven and surrounding walls or partitions which might obstruct free airflow.

3.3 Lifting / Handling: These units are heavy and care should be taken to use appropriate lifting devices that are sufficiently rated for these loads. Units should only be lifted from their bottom surfaces. Doors, handles and knobs are not adequate lifting or stabilization. The unit should be completely restrained from tipping during lifting or transport. All moving parts, such as shelves and trays should be removed and doors need to be positively locked in the closed position during transfer to prevent shifting and damage.

3.4 Leveling: The unit must sit level and solidly. Leveling feet (supplied) are to be installed in the holes at the base of the oven. Turn them counterclockwise to raise the level and clockwise to lower the level. If the unit must be moved, turn the leveling feet in all the way to prevent damage.

3.5 Cleaning: The oven's interior was cleaned at the factory, but not sterilized. Remove all interior parts if assembled and clean the inside of the chamber thoroughly with a disinfectant that is suitable for your application. Make sure to rinse the cleaned surface with a damp cloth, using water only, and dry the surfaces with a clean cloth. **DO NOT USE** chlorine-based bleaches or abrasives as they will damage stainless steel surfaces. **DO NOT USE** spray cleaners that might leak through openings and cracks and get on electrical parts or that may contain solvents that will harm the coatings. A similar periodic cleaning is recommended.

WARNING: Never clean the unit with alcohol or flammable cleaners with the unit connected to the electrical supply. Always disconnect the unit from the electrical service when cleaning and assure all volatile or flammable cleaners are evaporated and dry before reattaching the unit to the power supply.

3.6 Burning In: It is recommended that the unit go through a "burning in" process prior to operation. This is to eliminate the smoking of protective coatings on the element. Read sections 4, 5 and 6 carefully to understand operating requirements. To burn in turn the Oven temperature Safety to maximum and set the digital display to 200°. Run for a minimum of one (1) hour under ventilation until smoke dissipates.

PRECAUTIONS

4.1 The bottom surface of the chamber should not be used as a work surface.

4.2 This unit has been designed with a dampered vent from the chamber. In order to work effectively and safely, some precautions will need to be taken by the operator.

A. In most applications, the exhaust damper will need to be opened during drying or degassing for best results.

B. **THIS OVEN IS NOT DESIGNED TO HANDLE COMBUSTIBLE GASES AND IS NOT AN EXPLOSION PROOF UNIT. Do not place explosive, combustible, or flammable materials into the chamber.**

C. Some of the out gassed by-products may be hazardous or unpleasant to operating personnel. If this is the case, the exhausts should be positively ventilated to the outside and dealt with according to local regulations. Your dealer can provide you with a power exhaust which greatly helps under these applications.

4.3 Do not operate near noxious fumes.

4.4 Do not place sealed or filled containers in the oven chamber.

4.5 Do not cut or remove the ground prong from the power cord.

4.6 Do not use a 2-prong adapter plug.

4.7 Be sure that the power supply is of the same voltage as specified.

4.8 Disconnect the unit from its electrical source before proceeding to make any electrical repairs or replacements.

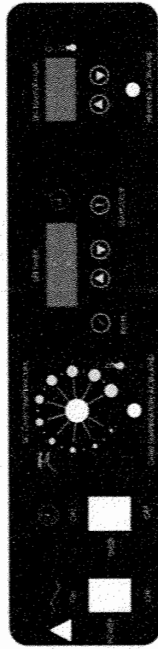
4.9 If a mercury thermometer is used and breakage should occur, all spilled mercury **MUST** be completely removed from the chamber before continuing operation.

4.10 This oven is **NOT** designed for the use in Class I, II, or III locations as defined by the National Electric Code.

4.11 This oven is not intended, nor can it be used, as a patient connected device.

Section 5

CONTROL PANEL OVERVIEW



- 5.1 Power Switch:** The main power switch on the control panel (green lighted I/O) controls all power to the oven. It must be in the I/On position before any systems are operational. The green pilot light in the switch will be lighted when the switch is in the ON position.
- 5.2 Timer Switch:** The black I/O power switch marked **TIMER** is located to the right of the main power switch. It controls the power to the time circuit. In the O/Off position the oven heat is controlled with no time duration. In the I/On position heat is controlled for a time interval and then the heat shuts off.
- 5.3 Overtemperature Safety Thermostat:** This control is marked **HIGH LIMIT** and is equipped with an adjustment knob and a graduated dial from 0 - 10. It is independent of the Main Controller and guards against any failure which would allow temperature to rise past the main controller's set point. This allows continued operation of the oven until the problem can be corrected or service can be arranged. It is not recommended that the unit be operated for extended periods of time using only the Overtemperature Safety as the temperature controller. On "S" suffix models, the Overtemperature Safety will shut the oven off by tripping the over-temperature relay. Pushing the red reset button is required to restart the oven after the interruption reason has been cleared.
- 5.4 OTP Light:** This pilot lamp marked **OTP** is directly above the Overtemperature Safety Thermostat. The light will come on when the Safety Thermostat has been activated and taken over control of the oven. The power to the over-temperature relay coil is turned OFF for "S" suffix models. Under normal operating conditions the pilot lamp should never be lit.
- 5.5 Manual Reset Button: ("S" suffix models only)** The red reset button, next to the OTP light, is for resetting the oven power, if the temperature relay has been de-activated. The reset button must be pushed for initial start up and any time thereafter when there is a power interruption to the Overtemperature relay.
- 5.6 Timer Control:** This control is marked **SET/TIMER** and consists of a digital display, UP/DOWN arrow pads, a **RESET "PUSH"** pad, a **START/STOP "PUSH"** pad and a **TIMER ACTIVATED** light. This control provides the ability to set a time heat interval, activate the start-up of the time heat cycle and shut down the time heat cycle automatically.
- 5.7 Main Temperature Controller:** This control is marked **SET/TEMPERATURE** and consists of the digital display and UP/DOWN arrow pads for inputting set point temperatures and calibration.
- 5.8 HEATING Light:** This green pilot light is marked **TEMPERATURE ACTIVATED** and indicates when the element has been activated and the oven is heating. When the set point is reached, the pilot light will cycle ON and OFF as the elements maintain the temperature selected.

7

Section 6

OPERATION

- 6.1 Connection to Power Supply:** Assure that the electrical power supply is properly configured and rated for the oven and plug the unit cord into the receptacle.
- 6.2 Push the main power switches to the I/On position.** The digital temperature display will indicate a temperature value. "S" suffix models require the Manual Reset Button to be pushed. Turn the Overtemperature Safety Thermostat to its maximum position, clockwise using a coin or a flat head screwdriver.
- 6.3 Set The Main Temperature Control:** To enter the desired set point temperature, press either the UP or DOWN arrow pad one time on the SET/TEMPERATURE digital display. The display will start to blink from bright to dim. When blinking in this manner, the digital display is showing the current chamber temperature set point. To change this set point, use the UP or DOWN arrow pads to raise or lower the value. If the arrow pads are not pushed within five (5) seconds, the display will stop blinking and return to read the unit temperature. Allow several hours for the temperature to stabilize.
- 6.4 Calibrate The Main Temperature Control:** Temperature calibration is done once the unit is installed in its working environment and has been stable at set point for several hours. Be certain the thermometer does not touch any shelving. Allow again for the temperature to stabilize until five (5) consecutive readings at one minute intervals show no temperature change. Compare the reading on the reference thermometer with the digital display. If there is an unacceptable difference, put the display in calibrate mode by pressing the up and down arrow pads at the same time until the display blinks on and off. While blinking, the display can be changed to match the reference thermometer by pushing the UP or DOWN arrow pads to raise or lower the temperature until the display reads the correct value. If no arrow pads are pressed within five (5) seconds the display will revert to displaying the temperature within the chamber.
- NOTE:** Temperature accuracy should be validated with an independent thermometer at least quarterly, or after the unit has been turned off for an extended period of time. The calibration procedure detailed in Section 6.4 should be performed if the temperature control is found to be inaccurate.
- 6.5 Set The Overtemperature Safety Thermostat:** The Overtemperature Safety should be initially set to its maximum position when stabilizing the set point temperature. Once the oven is stable at the desired set point, turn the Overtemperature Safety counterclockwise with a flat-head screwdriver until the OTP light turns ON. Next turn the Safety clockwise just until the OTP turns OFF. Then turn the Safety clockwise two (2) minor increments on its scale past the point where the light went out. This sets the Overtemperature Safety Control at approximately 10°C above the Main Temperature set point. On "S" suffix models the reset button will have to be pushed each time the Overtemperature Safety Control has been activated and the OTP light comes on. On FM/IGM models, the OTP light will come on only when the heating element is activated, indicating that the temperature is being maintained by the Overtemperature Safety.
- 6.6 Set Timer Display:** Turn the timer switch to the ON position. The SET/TIMER display digits will light with no lighted decimals showing (See Figure 2). Note that, if during any of the following steps, several seconds elapse with no arrow pad or reset pad activity, the timer will default to the present displayed setting and it will be necessary to restart all functions

8

MAINTENANCE

Note: Disconnect the power cord from the power source before performing any service or maintenance on this unit.

7.1 Cleaning: Cleaning and decontamination are recommended on a regular basis. To prepare the unit for cleaning, remove all interior parts if assembled, such as shelves and shelf clips.

First clean the chamber with soap and water, rinse and let dry. To decontaminate use a solution that is appropriate to your application. DO NOT USE chlorine-based bleaches or abrasives as this can damage the stainless steel components. DO NOT USE spray cleaners that might leak through openings and cracks and get on electrical parts or that may contain solvents that will harm the coatings.

WARNING: Never clean the unit with alcohol or flammable cleaners with the unit connected to the electrical supply. Always disconnect the unit from the electrical service when cleaning and assure all volatile or flammable cleaners are evaporated and dry before reattaching the unit to the power supply. Use care when cleaning the door gasket to prevent damage which could impair the positive door seal.

7.2 Storage: To prepare the unit for storage, remove all shelves and shelf clips, dry the chamber completely and disconnect the power supply. Be certain that the door is positively locked in the closed position. See Section 3.3, Lifting/Handling, for proper transport procedures.

7.3 No maintenance is required on the electrical components. If the unit fails to operate as specified, please see the Troubleshooting guide Section 8.0, before calling for service.

over again. The values must be programmed in a consecutive manner with no delays between settings or the default will occur.

A. Hour Function: Press and hold the RESET pad until the digits start blinking and blinking decimal shows between digits 2 and 3. In this mode, pressing the UP or DOWN arrow pads increases or decreases the whole hour value from 0 to 99 (digits 1 and 2).

B. Ten Minute Function: After the correct value for hours is set, push the RESET pad again. The blinking decimal will now move one digit to the right between digits 3 and 4. Pushing the UP or DOWN arrow pads will increase or decrease the ten minute function allowing values between 0 and 5 to be set (digit 3).

C. One Minute Function: After the correct ten minute value is set, push the RESET pad again. The blinking decimal point will move one digit to the right beyond digit 4 and be located at the extreme bottom right of the display. With the display in this mode, pushing the UP or DOWN arrow pad will increase or decrease the one minute function allowing the value of digit 4 to be adjusted between 0 and 9.

D. Activation: Pause until the timer stops blinking. After all settings are made, push the START/STOP button. The Timer Activated light will come on and after a brief pause, the present oven temperature settings will be valid and heating will begin. The oven will now heat up, control at the set point and stop after the timed period on the SET/TIMER display has elapsed.

Note that when the system is in the timer mode, the heating circuit is de-energized until the START/STOP button is pushed or the TIMER SWITCH is turned O/OFF. If a time change or correction is necessary and the timer has already been activated, push the START/STOP button to "STOP" the timer, then repeat steps A through D above.

6.7 To set the timer so that timed operation will not start until the oven is stable at set point, pre-heat the oven in the normal mode until the desired temperature has stabilized. Turn on the timer switch. Push and hold the RESET button until the timer display blinks. (This is to be sure that the pre-set timed value is correct). Press the START/STOP button to activate the timer.

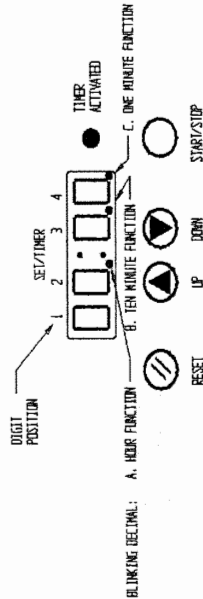


Figure 2

TROUBLESHOOTING

TEMPERATURE

Temperature too high.

- 1/ Controller set too high-see section 6.3
- 2/ Controller failed on - call Customer Service.
- 3/ Wiring error - call Customer Service.

Display reads "HI" or "400"+.

Probe is unplugged, is broken or wire to sensor is broken - trace wire from display to probe, move wire and watch display to see intermittent problems

Chamber temp spikes over set point and then settles to set point.

Recalibrate - see section 6.4.

Temperature too low

- 1/ High limit set too low - see section 6.5.
- 2/ Controller set too low - see section 6.3.
- 3/ Unit not recovered from door opening - wait for display to stop changing.
- 4/ Unit not recovered from power failure or being turned off - ovens will need several hours to warm up and stabilize.
- 5/ Element failure - compare current draw to data plate.
- 6/ Controller failure - call Customer Service.
- 7/ High limit failure - confirm with front panel lights that Safety Thermostat is operating correctly.
- 8/ Wiring problem - check all functions and compare wiring to schematic in section 8.0 - especially around any areas recently worked on.
- 9/ Loose connection - check control panel for loose connections.

Display reads "LO"

- 1/ Bad probe or disconnected - call Customer Service
- 2/ If ambient temperature is lower than range of unit - compare set points and ambient temperature to rated specifications in section 8.0.

Unit will not heat over a temperature that is below set point

- 1/ On F suffix models confirm that fan is moving and that amperage and voltage match data plate - check for air movement in chamber.
- 2/ Confirm that set point is set high enough - turn Safety Thermostat all the way clockwise and see if OTP light comes on.
- 3/ Check connections to sensor.
- 4/ Check calibration - using independent thermometer, follow instructions in section 6.4.

Unit will not heat up at all

- 1/ Check amperage - amperage should be virtually at maximum rated (data plate) amperage
- 2/ Do all controller functions work?
- 3/ Is the Safety Thermostat set high enough? - for diagnostics, should be fully clockwise with the OTP light never on.
- 5/ Has the fuse/circuit breaker blown?
- 6/ Has timer turned unit off?
- 7/ For "S" suffix models, verify that the Reset button has been pushed in.

Indicated chamber temperature unstable

1/ .±0.1 may be normal.

2/ For G suffix models, may vary ±2.0 degrees.

3/ For F suffix models: is fan working? - verify movement of air in chamber.

4/ Is ambient room temperature radically changing - either door opening or room airflow from heaters or air conditioning? - stabilize ambient conditions.

5/ This may happen if exhaust stack is 100% open or if power exhaust is cycling - adjust stack to at least 1/4 closed.

6/ Sensor miss-located, damaged or wires may be damaged. - check mounts for control and OTP sensors, then trace wires or tubing between sensors and controls.

7/ Calibration sensitivity - call Customer Service.

8/ High limit set too low - be sure that Safety Thermostat is set more than 5 degrees over Main Controller set point; check if OTP pilot is on continuously; turn controller knob completely clockwise to see if problem solved then follow instructions in section 6.5 for correct setting.

9/ Electrical noise - remove nearby sources of RFI including motors, arcing relays or radio transmitters.

10/ Bad connection on temperature sensor or faulty sensor - check connectors for continuity and mechanical soundness while watching display for erratic behavior; check sensor and wiring for mechanical damage.

11/ Bad connections or faulty solid state relay - check connections for mechanical soundness and look for corrosion around terminals or signs of arcing or other visible deterioration.

12/ If set point is below 60 degrees, temperature can be unstable. See unit specifications for individual ranges.

Will not maintain set point

- 1/ Assure that set point is at least 5 degrees over ambient.
- 2/ See if ambient is fluctuating; check for adjacent open doors or HVAC duct openings - stabilize ambient conditions.

Display and reference thermometer don't match

- 1/ Calibration error - see section 6.4.
- 2/ Temperature sensor failure - call Customer Service.
- 3/ Controller failure - call Customer Service.
- 4/ Allow at least two hours to stabilize.
- 5/ Verify that reference thermometer is certified.

Can't adjust set points or calibration

- 1/ Turn entire unit off and on to reset.
- 2/ If repeatedly happens, call Customer Service.

Calibrated at one temperature, but not at another

- 1/ If shaft spins freely; check connections to motor and check voltage to motor.
- 2/ If shaft nubs or is frozen, relieve binding and retest.

Motor doesn't move; F suffix models

- 1) Make sure that the fan or blower wheel is not contacting its housing. Adjust the motor mounting bracket position to re-center the fan or blower wheel, if necessary.
- 2) Check the fan or blower wheel for damage or out of balance condition. Replace the fan or blower wheel if it is damaged or out of balance.
- 3) Turn the motor shaft to make sure that it spins freely. If it binds or the

MECHANICAL

This can be a normal condition when operating temperature varies widely. For maximum accuracy, calibration should be done at or as close to the set point temperature.

Motor makes noise; F suffix models

- 1/ If shaft spins freely; check connections to motor and check voltage to motor.
- 2/ If shaft nubs or is frozen, relieve binding and retest.

PARTS LIST

Description	115V	220V
10 Amp EMI Filter	N/A	2800502
Adjustable Feet	2700512	2700512
Blower Motor, FM/FMS Models Only	4880549	4880549
Control Knob, OTP Safety Thermostat	4450506	4450506
Cord Set, European	N/A	1800500
Cord Set, USA (1330FM/FMS/GM/GMS ONLY)	1800516	1800537
Door Latch	1800529	1800537
Fuse Holder	3800613	3800613
Fuse (115V-16 AMP/220V-10 AMP)	3300501	3300501
Heating Element, 1330 F Models	3300513	3300516
Heating Element, 1330G Models	9570523	9570526
Heating Element, 1350F Models	9570524	9570527
Heating Element, 1350G Models	9570537	9570538
Heating Element, 1370F Models	9570539	9570538
Heating Element, 1370G Models	9570537	9570538
I/O (On/Off) Power Switch	9570551	9570552
Main Control W/Timer, FM/FMS Models	7850570	7850570
Overtemperature Relay - "S" Models Only	1750612	1750613
Overtemperature Safety Thermostat	1750610	1750611
Pilot Lamp, Heating	7030536	7030536
Pilot Lamp, OTP	1750615	1750648
Reset Start Switch "S" Model Only	4650554	4650554
Shelf, 1330 type	4650553	4650553
Shelf, 1350 type	7850565	7850565
Shelf, 1370 type	5130543	5130543
Shelf Clip	5130516	5130516
Solid State Relay	9750549	9750549
Timer Switch	1250511	1250511
	7030527	7030527
	7850579	7850579

Door not sealing	bearings make a rubbing or scraping sound then replace the motor. 1/ Adjust hinge blocks or twist the door. 2/ Confirm that unit has not been damaged and body is not out of square. 3/ Check physical condition of gasket for tears or punctures.
Controller on at all times - "locked-up"	OTHER 1/ Adjust set point to room temperature. If the unit is still heating, replace the solid state relay. 2/ Turn unit off and on to reset. 3/ If cannot change any condition on the front panel, call Customer Service.
Controller timer resets on its own	1/ Confirm that power from wall is consistent and within specifications. 2/ Call Customer Service with serial number.
Front panel displays are all off	1/ Check connections to the temperature display control board and assure that all are tight and in the correct orientation. 2/ Check for wire damage.
Unit or wall fuse/circuit breaker is blown	1/ Check wall power source. 2/ Compare current draw and compare to specs on data plate. 3/ See what other loads are on the wall circuit.
Unit will not turn on	1/ Check wall power source. 2/ Check fuse/circuit breaker on unit or in wall. 3/ See if unit is on, e.g., fan or heater, and just controller is off. 4/ Check all wiring connections, especially around the on/off switch.
Unit is smoking - Out of box	This is not an uncommon occurrence when first operating new units. Put unit under vent and run at high temperature for one hour until smoke dissipates.
Contamination in chamber	1/ See cleaning procedure in section 7.0. 2/ Develop and follow standard operating procedure for specific application. Include definition of cleaning technique and maintenance schedule.
Contamination in sample	1/ See "Contamination in chamber". 2/ Reduce air flow in chamber by dampening down exhaust port; be sure to verify adequate temperature uniformity at the reduced air flow. 3/ Protect open samples from areas of maximum air current, e.g., inlet air ducts.

UNIT SPECIFICATIONS FOR 1330 UNITS

Weight	Shipping	Net
1330FM	165 lbs.	93 lbs.
1330FMS	200 lbs.	Call Cust. Service
1330GM	165 lbs.	93 lbs.
1330GMS	200 lbs.	Call Cust. Service

Dimensions	Exterior WxDxH (in.)	Interior WxDxH (in.)
1330FM	21.25 x 23.75 x 33	13 x 14 x 14.75
1330FMS	21.5 x 24.5 x 33	13 x 14 x 14.75
1330GM	21.25 x 23.75 x 33	13 x 14 x 14.75
1330GMS	21.5 x 24.5 x 33	13 x 14 x 14.75

Capacity	Cubic Feet
1330FM	1.6
1330FMS	1.6
1330GM	1.6
1330GMS	1.6

Temperature	Range	Uniformity	Recovery
1330FM	40° above amb. to 240°C	±1.5°C at 150°C	6 min. at 150°C
1330FMS	40° above amb. to 240°C	±1.5°C at 110°C ±1.9°C at 170°C	5 min. at 110°C 8 min. at 170°C
1330GM	40° above amb. to 240°C	±1.5°C at 150°C	6 min. at 150°C
1330GMS	40° above amb. to 240°C	±2.5°C at 110°C ±1.9°C at 170°C	5 min. at 110°C 8 min. at 170°C

UNIT SPECIFICATIONS FOR 1350 UNITS

Weight	Shipping	Net
1350FM	200 lbs.	115 lbs.
1350FMS	250 lbs.	165 lbs.
1350GM	200 lbs.	115 lbs.
1350GMS	250 lbs.	165 lbs.

Dimensions	Exterior WxDxH (in.)	Interior WxDxH (in.)
1350FM	27 x 25 x 34.75	18.25 x 19 x 16.5
1350FMS	27.5 x 27 x 34.75	18 x 19 x 16.5
1350GM	27 x 25.5 x 34.75	18.25 x 19 x 16.5
1350GMS	27.5 x 27 x 34.75	18 x 19 x 16.5

Capacity	Cubic Feet
1350FM	4
1350FMS	4
1350GM	4
1350GMS	4

Temperature	Range	Uniformity	Recovery
1350FM	40° above amb. to 240°C	±0.9°C at 150°C	6 min. at 150°C
1350FMS	40° above amb. to 240°C	±1.5°C at 110°C ±1.9°C at 170°C	5 min. at 110°C 8 min. at 170°C
1350GM	40° above amb. to 240°C	±1.5°C at 150°C	6 min. at 150°C
1350GMS	40° above amb. to 240°C	±2.5°C at 110°C ±1.9°C at 170°C	5 min. at 110°C 8 min. at 170°C

UNIT SPECIFICATIONS FOR 1370 UNITS

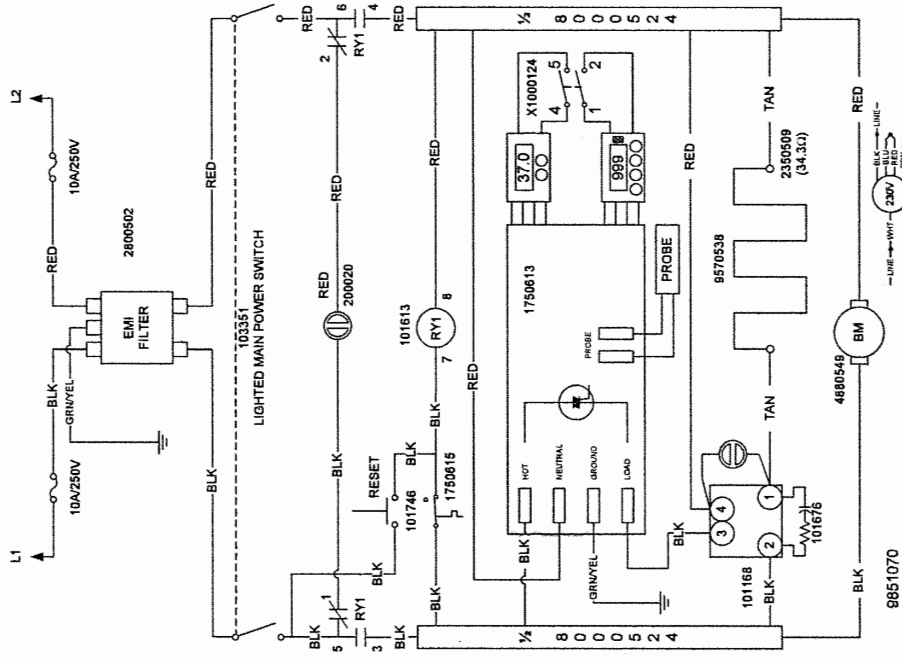
Weight	Shipping	Net
1370FM	270 lbs.	158 lbs.
1370FMS	320 lbs.	208 lbs.
1370GM	270 lbs.	158 lbs.
1370GMS	320 lbs.	208 lbs.

Dimensions	Exterior WxDxH (in.)	Interior WxDxH (in.)
1370FM	32.5 x 28 x 36.25	23 x 20 x 18.5
1370FMS		
1370GM	32.5 x 28 x 36.25	23 x 20 x 18.5
1370GMS		

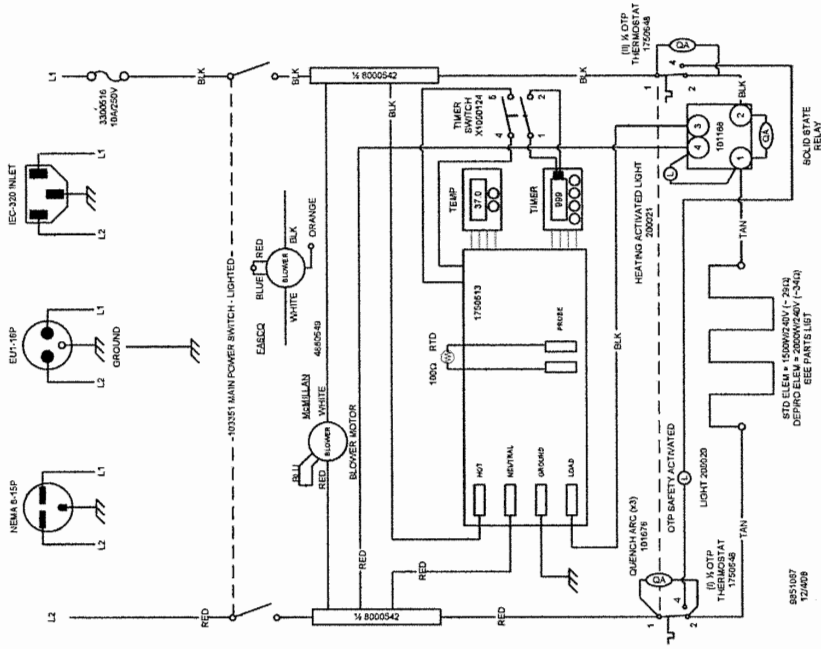
Capacity	Cubic Feet
1370FM	5
1370FMS	5
1370GM	5
1370GMS	5

Temperature	Range	Uniformity	Recovery
1370FM	40° above amb. to 240°C	±1.5°C at 150°C	6 min. at 150°C
1370FMS	40° above amb. to 240°C	±1.5°C at 110°C	5 min. at 110°C
		±1.9°C at 170°C	8 min. at 170°C
1370GM	40° above amb. to 240°C	±1.5°C at 150°C	6 min. at 150°C
		±2.5°C at 110°C	5 min. at 110°C
1370GMS	40° above amb. to 240°C	±1.9°C at 170°C	8 min. at 170°C

WIRING DIAGRAM "S" Suffix Models

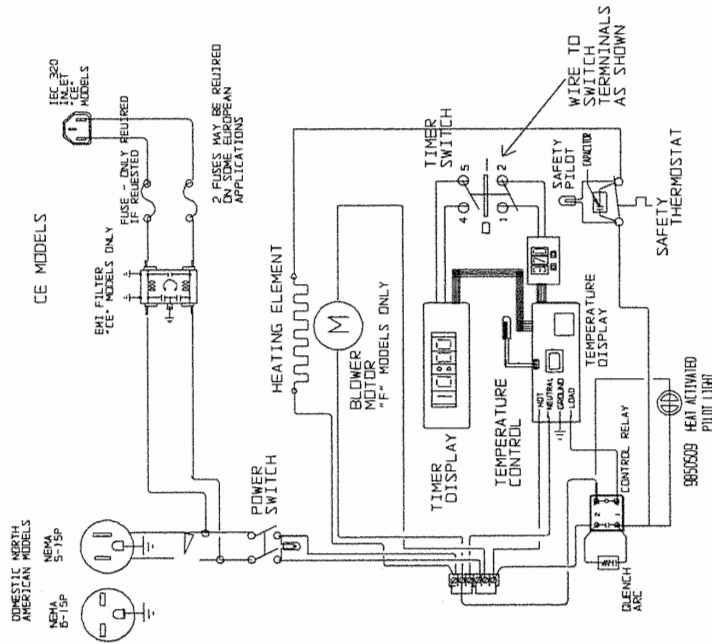


WIRING DIAGRAM FM / GM 220V Models



9851087
12/4/88

WIRING DIAGRAM FM / GM 110V Models

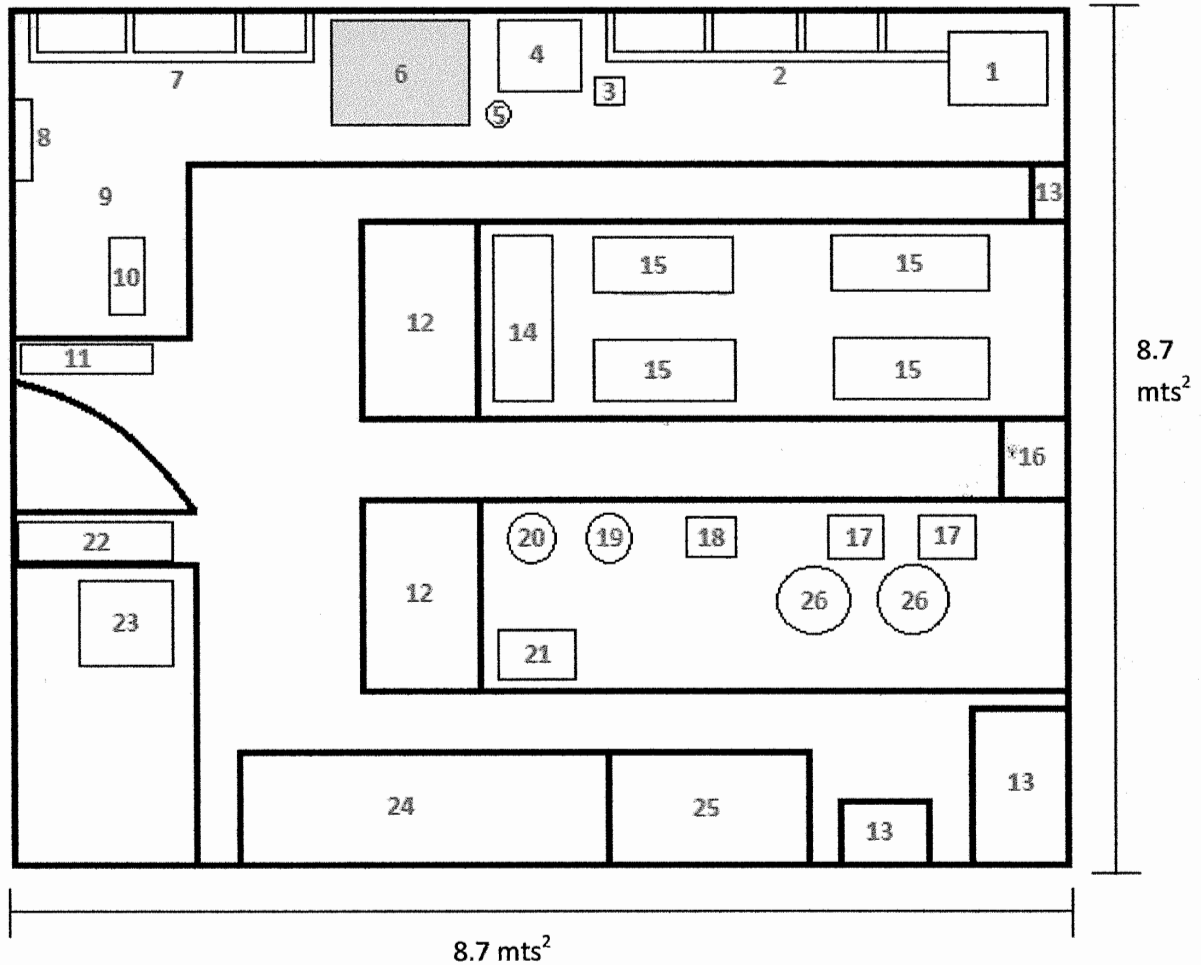


9850609
HEAT ACTIVATED
PILOT LIGHT



PLANO LIPRONAT

ANEXO A.2

Gráfica No. 1



- | | |
|------------------------------------|---------------------------|
| 1. Chiller | 15. Rotavapor |
| 2. Extracción de aceites y reflujo | 16. Campana de extracción |
| 3. Sonificador | 17. Balanza |
| 4. Mufla | 18. Balanza de desecado |
| 5. Vortex | 19. Agua potable |
| 6. Horno de convección forzada | 20. Agua desmineralizada |
| 7. Percolador | 21. Horno desecador |
| 8. Caja de fusibles | 22. Archivo |
| 9. Área de prueba de tubos | 23. Computadora |
| 10. UV visible | 24. Locker de reactivos |
| 11. Locker - Pipetas | 25. Locker de varios |
| 12. Lavamanos | 26. Desecador |
| 13. Refrigerador | |
| 14. Liofilizador | |

	PROCEDIMIENTO PARA LA OPERACIÓN DEL HORNO DE CONVECCIÓN HORIZONTAL 1370FM				
	LABORATORIO EN INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES				
	VIGENTE A PARTIR DE	MARZO 2012	CÓDIGO		LIP-PT- 016
	CAPÍTULO	1	VERSIÓN No.		01
NO. REVISIÓN	0	PÁGINA	1 de 2		

I. OBJETIVO

Explicar el procedimiento de la operación del horno de convección horizontal 1370FM.

II. ALCANCE

Jefe del LIPRONAT, licenciados (as) a cargo, auxiliares, tesistas y cualquier estudiante al que le sea designada esta tarea.

III. RESPONSABILIDAD

Es responsabilidad de la persona designada el cumplimiento de este procedimiento, el cual debe ser ejecutado en forma correcta para la operación del Horno de Convección Horizontal 1370FM.

IV. REFERENCIAS

1. SL (Sheldon Manufacturing). (2011). Hornos de laboratorio de aire forzado: 1370FM Horno de flujo de aire horizontal. (en línea). EUA, Sheldon Manufacturing. Consultado 24 de febrero de 2012. Disponible <http://www.shellab.com/store/lab-products/SHELLAB-1370FM-Horizontal-Airflow-Oven>

V. MATERIALES

1. Hojas de papel bond blancas carta
2. Útiles de escritorio
3. Impresora
4. Horno de convección horizontal 1370FM
5. Libro de registro

VI. FRECUENCIA

Este procedimiento debe utilizarse cada vez que sea operado el Horno de Convección horizontal 1370FM en LIPRONAT.

VII. PROCEDIMIENTO

No.	Actividad
1	Conectar al suministro eléctrico, apropiado a la configuración del horno.
2	Presione los interruptores de encendido a la posición I/ON. El indicador digital de temperatura mostrará un valor de temperatura.
3	Gire el termostato de seguridad de sobrecalentamiento a su máxima posición, hacia la derecha utilizando una moneda o un destornillador plano.

4	<p>Establezca la temperatura: Para ingresar la temperatura deseada, pulse cualquier de los dos botones de flecha de UP (arriba) o DOWN (abajo) una vez en la opción de la pantalla SET/TEMPERATURE (Ajuste de temperatura). La pantalla parpadea de brillante a oscuro, donde muestra la temperatura actual de la cámara. Para cambiar esta temperatura presione los botones de flecha arriba o abajo para aumentar o disminuir el valor. Si las flechas no se presionan en 5 segundos, el parpadeo de la pantalla se detendrá y regresará a leer la temperatura de la unidad. Espera varias horas a que la temperatura se estabilice.</p>
5	<p>El termostato de seguridad de sobrecalentamiento inicialmente debe ser llevado a la máxima posición cuando se esta estabilizando la temperatura. Una vez el horno esta estable a la temperatura deseada, gire el termostato a la izquierda hasta que la luz OTP se encienda.</p>
6	<p>Para ajustar el temporizador: Colocar el interruptor de tiempo en posición ON. La pantalla SET/TIMER (ajuste de tiempo) se iluminará sin decimales. (ver figura 1) Si transcurren varios segundos sin actividad en las teclas de control se restablecerá el temporizador por defecto a la configuración actual y será necesario reiniciar todas las funciones. No debe haber retrasos en el ajuste de hora, minutos y la función de un minuto. Pausa hasta que el temporizador deje de parpadear. Después de hacer los ajustes, presione el botón START / STOP. La luz de Temporizador Activado se encenderá y tras una breve pausa, la configuración de la temperatura del horno será válida y el calentamiento comenzará.</p> <p>El horno se calienta, según la configuración y dejará de calentar después de que el tiempo en la pantalla SET/TIMER ha transcurrido.</p>

VIII. ANEXOS

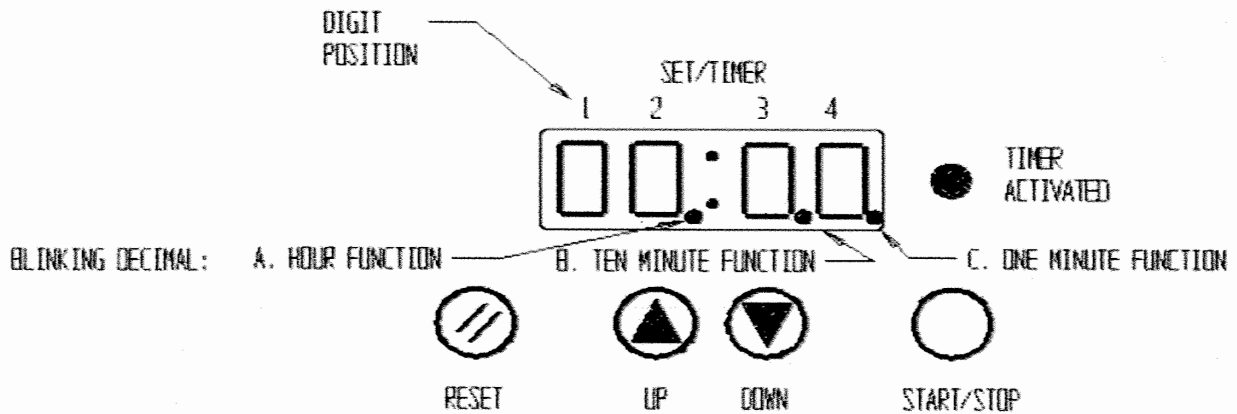




Figura 1

	PROCEDIMIENTO PARA EL MANTENIMIENTO Y ALMACENAMIENTO DEL HORNO DE CONVECCIÓN HORIZONTAL 1370FM				
	LABORATORIO EN INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES				
	VIGENTE A PARTIR DE	MARZO 2012	CÓDIGO		LIP-PT- 017
	CAPÍTULO	1	VERSIÓN No.		01
NO. REVISIÓN	0	PÁGINA	1 de 2		

I. OBJETIVO

En este procedimiento se explica el mantenimiento y almacenamiento que debe darse al Horno de convección horizontal 1370FM.

II. ALCANCE

Jefe del LIPRONAT, licenciados (as) a cargo, auxiliares, tesistas y cualquier estudiante al que le sea designada esta tarea.

III. RESPONSABILIDAD

Es responsabilidad de la persona designada el cumplimiento de este procedimiento, el cual debe ser ejecutado en forma correcta para el mantenimiento y almacenamiento del Horno de Convección Horizontal 1370FM.

IV. REFERENCIAS

1. SL (Sheldon Manufacturing). (2011). Hornos de laboratorio de aire forzado: 1370FM Horno de flujo de aire horizontal. (en línea). EUA, Sheldon Manufacturing. Consultado 24 de febrero de 2012. Disponible <http://www.shellab.com/store/lab-products/SHELLAB-1370FM-Horizontal-Airflow-Oven>

V. MATERIALES

1. Hojas de papel bond blancas carta
2. Útiles de escritorio
3. Impresora
4. Horno de convección horizontal 1370FM
5. Libro de registro
6. Soluciones limpiadoras sin alcohol, y no corrosivas
7. Paño para limpiar



VI. FRECUENCIA

Este procedimiento debe utilizarse cada vez que se le de mantenimiento al Horno de Convección horizontal 1370FM de LIPRONAT

VII. PROCEDIMIENTO

No.	Actividad
1	Desconectar el cable de alimentación de la fuente de alimentación antes de realizar cualquier servicio o mantenimiento
2	La limpieza y descontaminación se recomienda de forma regular.
3	Al preparar la unidad para limpieza, remueva todas las partes interiores ensambladas, como repisas y ganchos para las parrillas.
4	Limpiar la cámara con agua y jabón, enjuagar y dejar secar, utilizando un paño suave.
5	Para descontaminar utilice una solución que sea apropiada para su aplicación.
6	No use blanqueadores a base de cloro o abrasivos que dañen los componentes de acero inoxidable.
7	No utilice limpiadores en aerosol que se puedan filtrarse dentro de las aberturas y grietas y mojar partes eléctricas o contengan disolventes que puedan dañar los revestimientos.
8	No limpie la unidad con alcohol o limpiadores inflamables con la unidad conectada al suministro eléctrico.
9	Para almacenar el equipo, retire los estantes y ganchos de parrillas, secar la cámara completamente y desconecte del suministro eléctrico. Asegurar que las puertas estén cerradas.

VIII. ANEXOS

	PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN DEL CONTROL PRINCIPAL DE TEMPERATURA DEL HORNO DE CONVECCIÓN HORIZONTAL 1370FM				
	LABORATORIO EN INVESTIGACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES				
	VIGENTE A PARTIR DE	MARZO 2012	CÓDIGO		LIP-PT- 018
	CAPÍTULO	1	VERSIÓN No.		01
	NO. REVISIÓN	0	PÁGINA		1 de 2

I. OBJETIVO

En este procedimiento se explica la calibración del control principal de temperatura que debe realizarse al Horno de convección horizontal 1370FM.

II. ALCANCE

Jefe del LIPRONAT, licenciados (as) a cargo, auxiliares, tesistas y cualquier estudiante al que le sea designada esta tarea.

III. RESPONSABILIDAD

Es responsabilidad de la persona designada el cumplimiento de este procedimiento, el cual debe ser ejecutado en forma correcta para la calibración del control principal de temperatura del Horno de Convección Horizontal 1370FM.

IV. REFERENCIAS

1. SL (Sheldon Manufacturing). (2011). Hornos de laboratorio de aire forzado: 1370FM Horno de flujo de aire horizontal. (en línea). EUA, Sheldon Manufacturing. Consultado 24 de febrero de 2012. Disponible <http://www.shellab.com/store/lab-products/SHELLAB-1370FM-Horizontal-Airflow-Oven>

V. MATERIALES

1. Hojas de papel bond blancas carta
2. Útiles de escritorio
3. Impresora
4. Horno de convección horizontal 1370FM
5. Libro de registro
6. Soluciones limpiadoras sin alcohol, y no corrosivas
7. Paño para limpiar

VI. FRECUENCIA

Este procedimiento debe utilizarse cada vez que se cambia de lugar el Horno de Convección horizontal 1370FM de LIPRONAT

VII. PROCEDIMIENTO

No.	Actividad
1	La temperatura de calibración se lleva a cabo una vez que la unidad es instalada en su ambiente de trabajo y es estable en el punto establecido por varias horas.
2	Asegurar de que el termómetro de referencia no toque ninguna estantería
3	Permitir nuevamente que la temperatura se estabilice hasta los cinco (5) lecturas consecutivas en intervalos de un minuto y no muestren cambios de temperatura.
4	Compare la lectura del termómetro de referencia con la pantalla digital. Si hay una diferencia inaceptable, ponga la pantalla en modo de calibración presionando las flechas de hacia arriba y hacia abajo al mismo tiempo hasta que la pantalla parpadee suavemente.
5	Compare la lectura del termómetro de referencia con la pantalla digital. Si hay una diferencia inaceptable, ponga la pantalla en modo de calibración presionando las flechas de hacia arriba y hacia abajo al mismo tiempo hasta que la pantalla parpadee suavemente.
6	Si no presiona las flechas dentro de los cinco (5) segundos, la pantalla volverá a mostrar la temperatura dentro de la cámara.

VIII. ANEXOS

CALIFICACIÓN OPERATIVA - CO

FORMATO PARA UN PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN OPERATIVA

En el siguiente formato se esbozan los requisitos de una calificación operativa de equipos y sistemas de equipos. Se proporciona en este formulario la información necesaria para redactar un PEO titulado "cómo efectuar una calificación operativa".

Nombre del establecimiento LIPRONAT pág. 1 de 13

Protocolo de validación No. 2 Calificación operativa

Título Calificación operativa del Horno de Convección 1370FM

Protocolo redactado por Christy Amarilis Tavico Pérez

Aprobado por Licda. Aylin Santizo Fecha Octubre 2012

Aprobado por Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Objetivo

Determinar que el Horno de Convección Horizontal 1370FM opera de acuerdo con las especificaciones del fabricante, y registrar toda la información y datos pertinentes para demostrar que funciona según lo previsto.

Alcance

Habrà de efectuarse después de la instalación, modificación o cambios de ubicación, después de haber efectuado la calificación de instalación y la calibración por agencia acreditada por la OGA.

Responsabilidad

La persona encargada de operar el equipo efectuará la calificación y registrará los datos, redactará el informe de desviaciones y el informe de calificación operativa.

El supervisor vigilará el estudio, verificará que los registros estén completos.

El Coordinador del Laboratorio en funciones examinará y aprobará el protocolo e informe de la Calificación de Operación.

Vigencia

El protocolo de Calificación de instalación estará vigente mientras no exista otro que lo sustituya, se modifique su instalación o alguno de sus componentes.

Materiales, equipo, documentos

Lista de equipo de calibración requerido (formato 1)

Materiales o suministros necesarios para efectuar la calificación operativa

1. Certificación de calibración de un ente calificado Anexo A.6 Código No. 02-052012
2. Termómetro calibrado Código No. 029
3. _____ Código No. _____
4. _____ Código No. _____
5. _____ Código No. _____

Los PEO y las hojas de datos de las operaciones normales del sistema sometido a prueba (formato 2).

Registro de capacitación en los que se compruebe que los operarios han sido capacitados (formato 2).

Manuales del equipo (formato 2).

Procedimiento

- Someter a prueba y registrar los datos de calibración del aparato y los instrumentos de calibración. (formato 1)

Calibración del termómetro

Seleccionar las muestras a las que se les determinará el punto de fusión, tomando 5 estándares de identidad conocida y el punto de congelación del agua.

A cada muestra estándar se le realizarán 3 tomas de temperatura.

Con las 3 lecturas tomadas se calcula un promedio, así para cada muestra estándar.

$$Y_a = (Y_1 + Y_2 + Y_3)/n$$

Donde Y_0 es la temperatura promedio para la muestra a, Y_1, Y_2, Y_3 es la lectura de la temperatura experimental y n es el número de mediciones. Así para cada muestra estándar a, b, c, d, e.

Con los resultados obtenidos y los valores teóricos de punto de fusión para cada muestra se construye una curva de calibración con la cual se obtiene una ecuación de la curva para el termómetro.

$$X = (Y-b)/m$$

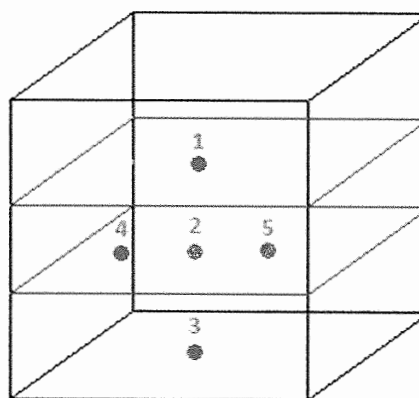
Donde X es la temperatura corregida, Y es la temperatura experimental, b el intercepto y m la pendiente. Ver anexo B

- Calibración del Horno por el ente certificado según procedimientos de la OGA. (Ver anexos C)
- Someter a prueba y registrar la condición operativa de los puntos de control y las alarmas (formato3)

Calibración del Horno de Convección Horizontal 1370FM LIPRONAT

- Determinar los puntos a los que será calibrado el Horno de Convección:

Ilustración 1 CÁMARA DE HORNO 1370FM



Fuente: Obtenido de LIPRONAT

- 40°C la temperatura de funcionamiento y 150°C ± 1.5 la temperatura de operación según el fabricante.
- Para calibrar a 150°C se deja precalentar el horno por varias horas (10 h aprox.) y se realiza la medición de temperatura con Dataloggers* manipulados por MERCK S.A. en 5 puntos dentro de la cámara del horno.
- Si al estar en una temperatura uniforme los Dataloggers no muestran la temperatura que indica el horno, se pone la pantalla en modo de calibración y se ajusta según los datos del Dataloggers.
- Luego se realiza el mismo procedimiento con 40°C de temperatura.

- Someter a prueba y registrar los datos de salida (formato 4).
- El ente certificado MERCK S.A. extenderá un certificado de la calibración realizada, el cual se adjuntará al presente protocolo
- Enumerar los requisitos de calibración del Horno de Convección Horizontal 1370FM sometido a prueba y los registros de la calibración del sistema (formato 5)

El Horno debe colocarse en un lugar lejos de corrientes de aire, con 30 cm. de espacio entre otro equipo, pared, etc.

La calibración debe realizarse cada año o cuando el propietario lo requiera.

La calibración debe realizarse por un ente certificado, en este caso MERCK S.A. según la OGA.

- Medir y registrar los resultados de una prueba específica del equipo en situaciones normales y en las peores condiciones posibles, cuando sea apropiado (formato 5).

Verificar las dimensiones del horno, el rango T°, Uniformidad

Verificar la operación del equipo según los formatos de la guía de OMS sobre los requisitos de las prácticas adecuadas de fabricación.

**Dataloggers: es un dispositivo electrónico que registra datos en el tiempo o en relación a la ubicación por medio de instrumentos y sensores propios o conectados externamente*

La operación se llevará a cabo a 150°C que es el punto de control según el manual del fabricante y se verificará la autenticidad de esa temperatura en los puntos determinados en la calibración realizada por el ente certificado.

Se realizarán 10 repeticiones de la toma de temperatura corrigiendo con la ecuación despejada $X = (Y-b)/m$ del termómetro.

Para conocer la incertidumbre de las mediciones si X_1 se determina por n mediciones independientes, los resultados en valores q_1, q_2, q_n , el mejor estimado de x_1 es la media de los resultados individuales:

$$x_i = q = \frac{\sum_{j=1}^n q_j}{n}$$

La dispersión de los resultados de la medición q_1, q_2, \dots, q_n para la magnitud de entrada X_1 se expresa por su desviación estándar experimental:

$$s(q) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (q_j - q)^2}{n - 1}}$$

La incertidumbre estándar $u(x_i)$ de X_1 se obtiene finalmente mediante el cálculo desviación estándar experimental de la media:

$$u_A(x_i) = s(q) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (q_j - q)^2}{n(n - 1)}}$$

Además se calcula el coeficiente de variación:

$$CV = \frac{S}{|x|}$$

Donde S es la desviación estándar y x es el valor absoluto de la media aritmética.

Si se encuentran desviaciones a los 150°C se corregirán y se verificara nuevamente para que no impacte en la operación.

Realizar medición después de cortar el suministro eléctrico.

- Registrar cualquier desviación de los procedimientos efectuados.

Procedimiento (continuación)

Los puntos de control/alarma son definidos por el ente certificado en este caso MERCK S.A. según el procedimiento PC-07 "Procedimiento para la calificación de Horno de convección" para la calibración (formato 3) y los datos de salida son las 10 mediciones realizadas por el autor; a 150°C en los 5 puntos determinados control para corroborar la calibración y cumplir con la calificación operativa (formato 4). Preparar un informe de calificación operativa: éste deberá incluir la fecha de inicio del estudio; fecha de finalización; observaciones; problemas encontrados; integridad de la información reunida; resumen de los informes de desviación; resultados de las pruebas de control/alarma; datos de muestra; si es adecuado; ubicación de los datos originales; otra información pertinente para el estudio; y las conclusiones sobre la validez de las operaciones del equipo.

El informe se presentará al Coordinador de Laboratorio en funciones para su examen y aprobación.

Preparación

Formato 1: Calibración del aparato y los instrumentos

Aparato/instrumentos	Método de calibración	Fecha de calibración
Calibración del Horno 1370FM	PC-07 "Procedimiento para la calificación de Horno de convección"	06/03/2012
Calibración de termómetro de mercurio	Determinación del Punto de Fusión	08/03/2012

Efectuado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha: Septiembre 2012

Desviaciones: _____

Verificado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Protocolo de validación 2 Calificación operativa Horno1370FM pág. 7 de 13

Título Calificación operativa Horno1370FM Nombre del establecimiento LIPRONAT

Preparación

Formato 2: comprobación de documentos

Titulo y No. De PEO	Ubicación de archivo	Fecha de aprobación
Procedimiento para la Operación del Horno de Convección Horizontal 1370FM No.	LIP-PT-16	Septiembre 2012
Procedimiento para el Mantenimiento del Horno de Convección Horizontal 1370 FM No.	LIP-PT-17	Septiembre 2012
Procedimiento para la Calibración del Control principal de Temperatura del Horno de Convección Horizontal 1370FM No.	LIP-PT-18	Septiembre 2012

Registros de capacitación

Cursos sobre PEO No.	Nombre del empleado	Fecha
Procedimiento para la operación del Horno de Convección Horizontal 1370FM	Noemí López Jessica Morales Gloria Sanabria Allan Vásquez	Agosto 2012
Procedimiento para el Mantenimiento del Horno de Convección Horizontal 1370FM	Noemí López Jessica Morales Gloria Sanabria Allan Vásquez	Agosto 2012
Procedimiento para la Calibración del Control principal de Temperatura del Horno de Convección Horizontal 1370FM	Noemí López Jessica Morales Gloria Sanabria Allan Vásquez	Agosto 2012

Marca y modelo del equipo

Hay manual

Horno de Convección Horizontal 1370FM Marca: VWR

S[] N[]

S[] N[]

Efectuado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Desviaciones: _____

Verificado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Resultados

Formato 3: Puntos de control y alarmas

Pto.	Punto de control/alarma	Resultados
1	Se encuentra situado en la primera bandeja en el extremo izquierdo al centro, debería estar a $1.5 \pm 150^{\circ}\text{C}$ según el Dataloger después de 10 horas	150°C
2	Se encuentra situado en la primera bandeja en el extremo derecho al centro, debería estar a $1.5 \pm 150^{\circ}\text{C}$ según el Dataloger después de 10 horas	149°C
3	Se encuentra situado en el centro en la segunda bandeja, debería estar a $1.5 \pm 150^{\circ}\text{C}$ según el Dataloger después de 10 horas	147°C
4	Se encuentra situado en la parte baja del horno extremo izquierdo al centro, debería estar a $1.5 \pm 150^{\circ}\text{C}$ según el Dataloger después de 10 horas	149°C
5	Se encuentra situado en la parte baja del horno extremo derecho al centro, debería estar a $1.5 \pm 150^{\circ}\text{C}$ según el Dataloger después de 10 horas	150°C
Fecha:		

Efectuado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Desviaciones: _____

Verificado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Resultados

Formato 4: Datos de salida

Pto.	Datos de salida	Resultados/medición									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	Se encuentra situado en la primera bandeja del centro a la izquierda, donde la temperatura deberá estar en $150^{\circ}\text{C} \pm 1.5^{\circ}\text{C}$	147°C	149°C	149°C	153°C	151°C	151°C	151°C	150°C	150°C	151°C
2	Se encuentra situado en la primera bandeja del centro a la derecha, donde la temperatura deberá estar en $150^{\circ}\text{C} \pm 1.5^{\circ}\text{C}$	147°C	149°C	149°C	153°C	151°C	151°C	151°C	150°C	150°C	151°C
3	Se encuentra situado en el centro en la segunda bandeja, debería estar a $150^{\circ}\text{C} \pm 1.5^{\circ}\text{C}$	147°C	149°C	149°C	153°C	151°C	151°C	150°C	151°C	149°C	151°C
4	Se encuentra situado en la parte baja del horno del centro a la izquierda, donde la temperatura deberá estar en $150^{\circ}\text{C} \pm 1.5^{\circ}\text{C}$	147°C	149°C	153°C	151°C	151°C	150°C	151°C	151°C	149°C	151°C
5	Se encuentra situado en la parte baja del horno del centro a la derecha, donde la temperatura deberá estar en $150^{\circ}\text{C} \pm 1.5^{\circ}\text{C}$	147°C	149°C	155°C	151°C	151°C	151°C	151°C	151°C	149°C	151°C
Fecha		9/2012	9/2012	9/2012	9/2012	9/2012	9/2012	9/2012	9/2012	9/2012	9/2012

Efectuado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Desviaciones: _____

Verificado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Formato 5: Desafío específico del equipo

Prueba en condiciones normales

Al inicio de la prueba luego de aprobada la calificación de instalación se observó la temperatura de operación requerida por el fabricante y se procedió a calendarizar el uso del Horno de Convección 1350FM a 150°C para no afectar el trabajo diario del laboratorio. Por lo que se realizaron 10 lecturas a 150°C con el horno previamente calentado por 6 horas a 200°C y luego bajando a 150°C debido a las recomendaciones de Merck y por los horarios de trabajo en LIPRONAT.

Prueba en las peores condiciones posibles:

(por ej. Reinicio después de corte de luz, tiempo de recuperación de la temperatura)

Para comprobar el tiempo de recuperación de temperatura se encendió el Horno desde las 7am, 10 horas después se comprobó que la temperatura del Horno era de 150°C. Además se realizó otra prueba según recomendaciones del ente certificado para la calibración del Horno, en donde se programó a 200°C por 6 horas y luego se bajó la temperatura a 150°C.

Efectuado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Desviaciones: _____

Verificado por: Licda. Sully Cruz Fecha Octubre 2012

Informe de desviaciones:

Desviación:

Al realizar las 10 mediciones a 150°C, dejando calentar por 6 horas a 200°C y bajando luego a 150°C; con el termómetro de mercurio y al abrir el horno la lectura es afectada por el cambio brusco de temperatura ambiente, por lo que la lectura debe realizarse inmediatamente aunque no se descarta que esto afecte los resultados obtenidos.

Justificación de la aceptación:

Se aceptan los resultados obtenidos ya que se tomo en consideración la desviación que provoca el termómetro de mercurio al momento de realizar la lectura.

Impacto sobre la operación:

La operación que realiza el horno a 150°C se mantiene estable por lo que si se llegara a trabajar a 150°C se obtendrá el resultado deseado.

INFORME DE CALIFICACIÓN OPERATIVA

Fecha de inicio de estudio	Septiembre 2012	Fecha de finalización de estudio	Septiembre 2012
----------------------------	-----------------	----------------------------------	-----------------

OBSERVACIONES

Se debe dejar calentar el horno como mínimo 6 horas a una temperatura superior a los 150°C para luego bajar a 150°C para ayudar al calentamiento.

Al realizar la lectura del termómetro se debe realizar lo más rápido posible para no permitir la desestabilización del horno y del mismo termómetro, por que el cambio de temperatura es brusco.

Al finalizar la medición se debe verificar que descienda correcta y lentamente la temperatura, a la temperatura de funcionamiento para no descalibrar el equipo.

PROBLEMAS ENCONTRADOS

El tiempo de calentamiento del horno para llegar a 150°C es de 10 horas por lo que se debe estar monitoreando el horno mientras se calienta para evitar un accidente, debido a los reactivos con los que se trabaja en el laboratorio.

Se observa desestabilización del horno por la apertura de la compuerta en cada lectura, debido a la diferencia de temperatura.

Existe desestabilización del termómetro en la temperatura alta, por lo que se debe leer rápidamente el termómetro al abrir la compuerta del horno.

INTEGRIDAD DE LA INFORMACIÓN REUNIDA

Al realizar las 10 lecturas a 150°C se suspendía el uso del mismo en LIPRONAT, se utilizaba vacío y exclusivamente para la Calificación de Operación, por lo que se tenía el tiempo y cuidado necesario para realizar la lectura en cada punto.

RESULTADOS

Punto	Media	Dispersión de resultados	Incertidumbre estándar	Coefficiente de variación
1	150.2°C	1.62	0.51	0.01 = 1%
2	150.2°C	1.62	0.51	0.01 = 1%
3	150.1°C	1.66	0.53	0.01 = 1%
4	150.3°C	1.63	0.52	0.01 = 1%
5	150.6°C	2.06	0.65	0.01 = 1%

Resultados obtenidos experimentalmente en LIPRONAT

CONCLUSIONES

El valor de la media en los primeros 4 puntos es un aproximado a 150°C por lo que está dentro de los $150 \pm 1.5^\circ\text{C}$ al igual que el valor del punto 5 aunque este se aproxime a 151°C sigue estando dentro de los $150 \pm 1.5^\circ\text{C}$.

La dispersión de resultados nos muestra que los datos en los 5 puntos tienen una dispersión en aproximación de 2 por lo que están muy cerca del valor de la media.

La incertidumbre como otra medición de dispersión para los 4 primeros punto no pasa de 0.5 y en el punto 5 de 0.65 por lo que no se aleja la media.

El coeficiente de variación en los 5 puntos nos muestra el mismo valor, debido a que es de 1% los datos no son muy dispersos del valor de la media, por lo que hay mayor homogeneidad en las variables.

El horno es capaz de mantener la temperatura programada y ofrecida por el fabricante en el manual, en las condiciones de laboratorio.

Redactado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Aprobación de: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Vigencia: El presente protocolo estará vigente mientras no exista otro que lo sustituya, se modifique su instalación o alguno de sus componentes.



Laboratorio de Calibraciones

Departamento de Servicio Técnico

Area Química, Merck S.A.

12 Av. 0-33, Zona 2, Mixco, Guatemala C.A. PBX: (502) 2410-2300

Servicio.Tecnico@merck.com.gt www.merck.com.gt

Certificado No.
02-052012
Fecha de Servicio
2012-03-06

REPORTE DE CARACTERIZACIÓN DE EQUIPO DE TEMPERATURA

Cliente: **LIPRONAT**

Dirección: **Universidad USAC**

Instrumento: **Horno de Convección**

Marca: **VWR**

Modelo: **1370FM**

No. Serie: **08043606**

Código Interno: **ND**

Patrón de Referencia

Descripción	No. de Serie
Registrador de temperatura con RTD	HI TEMP 140

Procedimientos Utilizados:

Procedimiento de Calificación Operativa de Horno de Convección "PC-07"

Condiciones ambientales durante el Servicio

Temperatura inicial:	24 °C
Humedad relativa inicial:	45 %
Temperatura final:	26 °C
Humedad relativa final:	40 %

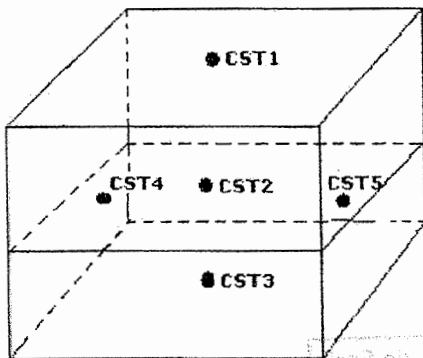
Nota: Los resultados contenidos en el presente documento son válidos únicamente para las condiciones del instrumento en el momento de las mediciones. Es responsabilidad del cliente interpretar los resultados del presente certificado a fin de evaluar el cumplimiento del instrumento según sus requerimientos así como de programar la frecuencia del Servicio.

RESULTADOS OBTENIDOS

Prueba de Estabilidad

	Punto 1 (°C)	Punto 2 (°C)	Punto 3 (°C)
Punto Analizado	40	150	
Valor Obtenido	± 0,45	± 1,35	±

Prueba de Uniformidad



Punto de medición	Punto 1 (°C)	Punto 2 (°C)	Punto 3 (°C)
	40	150	
CST1	40,1	150,0	
CST2	40,2	149,2	
CST3	41,0	147,5	
CST4	40,1	149,7	
CST5	40,2	150,2	

Temperatura Analizada (°C)	Uniformidad del horno (± °C)
40	0,461
150	1,354

Efectuó

Thomas Toledo
Servicio Técnico
Merck S.A.

Firma:

t. toledo

Aprobó

Carlos Paz
Gestor Técnico
Merck S.A.

Firma:

C. Paz

Merck S.A.
Servicio Técnico

Lugar y fecha de emisión de certificado:

Guatemala, 22 de mayo de 2012

CALIFICACIÓN FUNCIONAL - CF

FORMATO PARA UN PROTOCOLO DE CALIFICACIÓN FUNCIONAL

El siguiente formato incluye los requisitos de una calificación funcional para equipos y sistemas de equipos. Este formulario da la información necesaria para redactar un PEO titulado "cómo efectuar una calificación funcional".

Nombre del establecimiento LIPRONAT pág. 1 de 17

Protocolo de validación No. 3 Calificación funcional

Título Calificación funcional Horno de Convección Horizontal 1370FM

Protocolo redactado por Christy Amarilis Tavico Pérez

Aprobación por Licda. Aylin Santizo Fecha Septiembre 2012

Aprobación por Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Objetivo

Determinar que el Horno de Convección Horizontal 1370FM opere según lo previsto haciendo funcionar a 35, 36, 37, 38, 39 y 40°C repetidamente el sistema según los calendarios previstos y registrando toda la información y los datos pertinentes. Los resultados habrán de demostrar que la operatividad cumple regularmente las especificaciones determinadas con anterioridad tanto en condiciones normales como, cuando sea necesario, en las peores condiciones posibles.

Alcance

Deberá efectuarse después de haber realizado y aprobado la calificación de instalación y calificación operativa.

Deberá efectuarse después de la instalación, modificación o cambio de ubicación y para la revalidación a intervalos adecuados.

Cada pieza de equipo habrá de validarse antes de que pase a formar parte de otro equipo durante la validación de este último

Responsabilidad

La persona encargada de operar el equipo realizará la calificación y registrará los datos, redactará el informe de desviaciones y el informe de calificación funcional.

El supervisor supervisará el estudio, comprobará que los registros estén completos.

El Coordinador de Laboratorio en funciones examinará y aprobará el protocolo e informe de la Calificación Funcional.

Vigencia

El protocolo de Calificación de instalación estará vigente mientras no exista otro que lo sustituya, se modifique su instalación o alguno de sus componentes.

Materiales, equipos, documentos

Los PEO para las operaciones normales del equipo sometido a prueba (incluidos formularios para registro de datos, gráficos, diagramas, materiales y equipos necesarios). Adjúntese copias.

Lista de PEO:

Procedimiento para la operación del Horno de Convección Horizontal 1370FM

Procedimiento

Equipo: Ejecutar el procedimiento normal tres veces por cada uso (configuración o carga) y registre los datos necesarios y cualquier desviación del procedimiento.

Verificar las temperaturas a las cuales es usado el horno 35°, 36, 37, 38, 39 y 40°C en la bandeja 1, bandeja 2 y la parte de abajo que son las áreas donde se coloca la materia vegetal; si realmente es la temperatura que indica el horno.

Se realizarán 30 repeticiones de la toma de temperatura corrigiendo con la ecuación despejada

$$X = (Y-b)/m \text{ del termómetro}$$

Para conocer la incertidumbre de las mediciones si X_i se determina por n mediciones independientes, los resultados en valores q_1, q_2, q_n , el mejor estimado de x_i es la media de los resultados individuales:

$$x_i = q = \frac{\sum_{j=1}^n q_j}{n}$$

La dispersión de los resultados de la medición q_1, q_2, \dots, q_n para la magnitud de entrada X_i se expresa por su desviación estándar experimental:

$$s(q) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (q_j - q)^2}{n - 1}}$$

La incertidumbre estándar $u(x_i)$ de X_i se obtiene finalmente mediante el cálculo desviación estándar experimental de la media:

$$u_A(x_i) = s(q) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (q_j - q)^2}{n(n - 1)}}$$

La incertidumbre se construye sobre un modelo lineal, donde la temperatura fijadas de 35, 36, 37, 38, 39 y 40°C son las abscisas y las lecturas son las ordenas

Si se encuentran desviaciones a los 35, 36, 37, 38, 39 y 40 °C se corregirán y se verificará nuevamente para que no impacte en el funcionamiento.

Preparar el resumen de datos (formato 1).

Los puntos son los puntos definidos para la calificación operativa determinados por el ente certificado.

Evaluación

Adjunte todos los formularios de registro de datos debidamente completados y firmados.

Complete el resumen de datos (formato 1)

Efectúe todos los cálculos y análisis estadísticos requeridos (formato 2)

Compare los datos con los criterios de aceptación (formato 3)

Prepare el informe de desviaciones, e incluya la justificación de la aceptación y las repercusiones sobre el funcionamiento.

Prepare un informe de calificación funcional: este incluye: fecha de inicio del estudio; fecha de finalización; observaciones efectuadas; problemas encontrados; integridad de la información reunida; resumen del informe de desviaciones; resultados de las pruebas; indicar si los resultados cumplen con los criterios de aceptación; ubicación de los datos originales; otra información pertinente al estudio; y conclusiones sobre la validez del equipo.

El informe de calificación funcional se presentará al Coordinador de Laboratorio en funciones para su examen y aprobación.

Formato 2: Cálculos y análisis estadísticos

Estadístico de prueba

Intervalo de confianza: 95%

35°C

H₀= La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 35°C.

H_i= La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 35°C.

$$x_i = 39.33$$

$$s(q) = 0.88$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 39.19 y 39.47 es mayor a 35°C, con un error menor a 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

36°C

H₀= La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 36°C.

H_i= La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 36°C.

$$x_i = 40.30$$

$$s(q) = 1.02$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 40.13 y 40.46 es mayor a 36°C, con un error menor al 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

37°C

H₀= La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 37°C.

H_i= La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 37°C.

$$x_i = 41.77$$

$$s(q) = 0.91$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 41.62 y 41.91 es mayor a 37°C, con un error menor a 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

38°C

H₀= La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 38°C.

H₁= La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 38°C.

$$x_i = 41.93$$

$$s(q) = 1.06$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 41.76 y 42.10 es mayor a 38°C, con un error menor a 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

39°C

H₀= La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 39°C.

H₁= La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 39°C.

$$x_i = 42.71$$

$$s(q) = 1.15$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 42.52 y 42.89 es mayor a 39°C, con un error menor a 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

40°C

H₀= La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 40°C.

H₁= La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 40°C.

$$x_i = 43.38$$

$$s(q) = 1.27$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 43.18 y 43.58 es mayor a 40°C, con un error menor a 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

35°C

Punto 1: $X_i = 39.47$; $s(q) = 0.78$; $u_A(x_i) = 0.14$

Punto 2: $X_i = 39.43$; $s(q) = 0.90$; $u_A(x_i) = 0.16$

Punto 3: $X_i = 39.40$; $s(q) = 0.81$; $u_A(x_i) = 0.15$

Punto 4: $X_i = 39.13$; $s(q) = 0.94$; $u_A(x_i) = 0.17$

Punto 5: $X_i = 39.23$; $s(q) = 0.97$; $u_A(x_i) = 0.18$

36°C

Punto 1: $X_i = 40.47$; $s(q) = 0.94$; $u_A(x_i) = 0.17$

Punto 2: $X_i = 40.53$; $s(q) = 1.01$; $u_A(x_i) = 0.18$

Punto 3: $X_i = 40.43$; $s(q) = 0.93$; $u_A(x_i) = 0.17$

Punto 4: $X_i = 40.03$; $s(q) = 1.13$; $u_A(x_i) = 0.21$

Punto 5: $X_i = 40.03$; $s(q) = 1.10$; $u_A(x_i) = 0.20$

37°C

Punto 1: $X_i = 41.83$; $s(q) = 1.02$; $u_A(x_i) = 0.19$

Punto 2: $X_i = 42.03$; $s(q) = 0.85$; $u_A(x_i) = 0.15$

Punto 3: $X_i = 41.90$; $s(q) = 0.92$; $u_A(x_i) = 0.17$

Punto 4: $X_i = 41.50$; $s(q) = 0.86$; $u_A(x_i) = 0.16$

Punto 5: $X_i = 41.57$; $s(q) = 0.90$; $u_A(x_i) = 0.16$

38°C

Punto 1: $X_i = 42.03$; $s(q) = 1.00$; $u_A(x_i) = 0.18$

Punto 2: $X_i = 42.07$; $s(q) = 1.01$; $u_A(x_i) = 0.18$

Punto 3: $X_i = 42.20$; $s(q) = 1.09$; $u_A(x_i) = 0.20$

Punto 4: $X_i = 41.73$; $s(q) = 1.14$; $u_A(x_i) = 0.21$

Punto 5: $X_i = 41.60$; $s(q) = 1.07$; $u_A(x_i) = 0.19$

39°C

Punto 1: $X_i = 42.57$; $s(q) = 1.19$; $u_A(x_i) = 0.22$

Punto 2: $X_i = 42.93$; $s(q) = 1.05$; $u_A(x_i) = 0.19$

Punto 3: $X_i = 43.00$; $s(q) = 1.11$; $u_A(x_i) = 0.20$

Punto 4: $X_i = 42.47$; $s(q) = 1.17$; $u_A(x_i) = 0.21$

Punto 5: $X_i = 42.60$; $s(q) = 1.22$; $u_A(x_i) = 0.22$

40°C

Punto 1: $X_i = 43.03$; $s(q) = 1.24$; $u_A(x_i) = 0.23$

Punto 2: $X_i = 43.43$; $s(q) = 1.10$; $u_A(x_i) = 0.20$

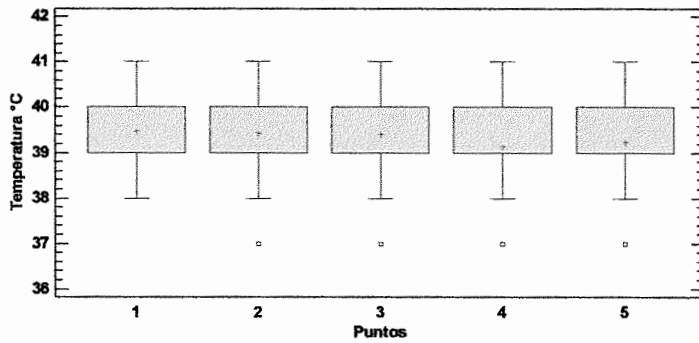
Punto 3: $X_i = 43.63$; $s(q) = 1.45$; $u_A(x_i) = 0.26$

Punto 4: $X_i = 43.43$; $s(q) = 1.19$; $u_A(x_i) = 0.22$

Punto 5: $X_i = 43.40$; $s(q) = 1.35$; $u_A(x_i) = 0.25$

Gráficos sobre la media de las lecturas en cada punto del horno

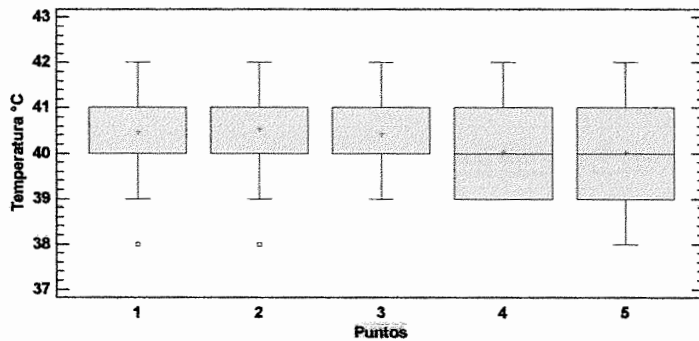
35°C



Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, una para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior, cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la mediana de cada muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó

por debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por abajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 6 puntos alejados pero no hay puntos muy alejados.

36°C



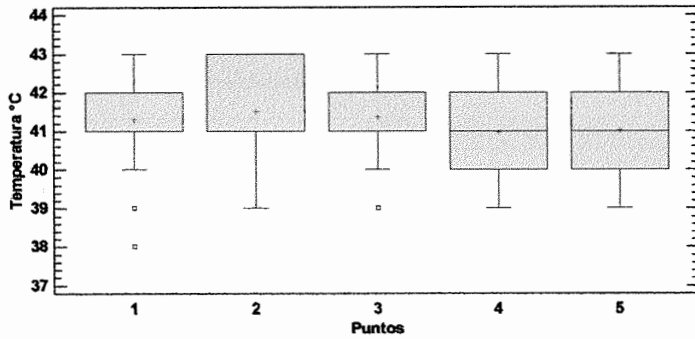
Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, una para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior, cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la mediana de cada muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó

por debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por abajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 2 puntos alejados pero no hay puntos muy alejados.

Efectuado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Verificado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

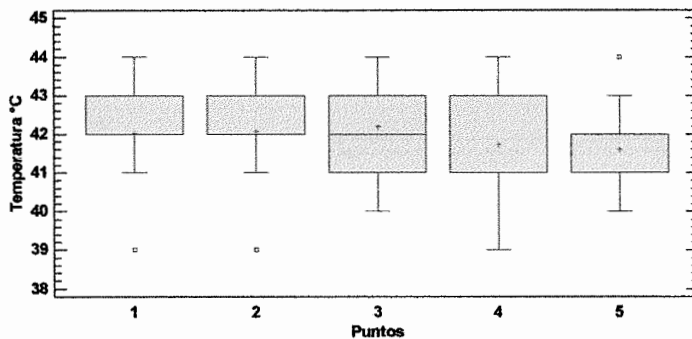
37°C



Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, una para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior, cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la mediana de cada muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó por

debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por abajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 3 puntos alejados pero no hay puntos muy alejados.

38°C



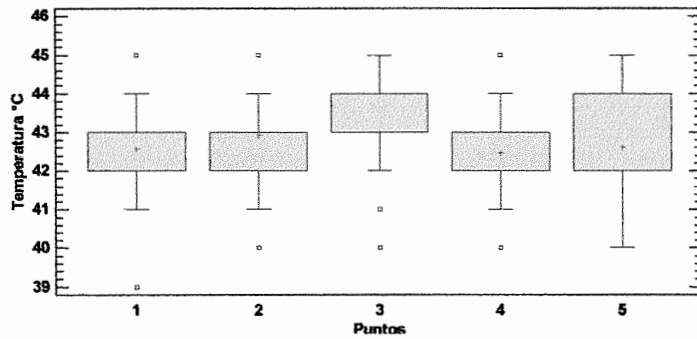
Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, una para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior, cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la mediana de cada muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó por

debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por abajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 4 puntos alejados pero no hay puntos muy alejados.

Efectuado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Verificado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

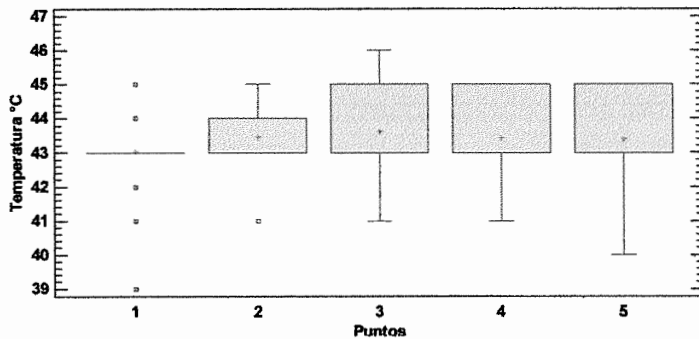
39°C



Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, una para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior, cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la mediana de cada muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó

por debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por abajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 10 puntos alejados pero no hay puntos muy alejados.

40°C



Esta gráfica muestra 5 diagramas de caja y bigote, una para cada columna de datos. La parte rectangular de la gráfica se extiende desde el cuartil inferior hasta el cuartil superior, cubriendo la mitad central de cada muestra. La línea central dentro de cada caja indica la localización de la mediana de cada muestra. El signo más indica la localización de la media de cada muestra. Los bigotes se extienden desde la caja hasta los valores mínimo y máximo de cada muestra, excepto para cualquier punto alejado ó muy alejado, los cuales se grafican en forma individual. Puntos alejados son aquellos que quedan a más de 1.5 veces el rango intercuartílico por arriba ó

por debajo de la caja y se muestran como pequeños cuadrados. Puntos muy alejados son aquellos que quedan a más de 3.0 veces el rango intercuartílico por arriba ó por abajo de la caja, y se muestran como pequeños cuadrados con un signo más en su interior. En este caso, hay 2 puntos alejados y 12 puntos muy alejados. La presencia de puntos muy alejados puede indicar valores aberrantes ó una distribución altamente sesgada.

Efectuado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Verificado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Formato 3: Comparación de los criterios de aceptación con los resultados de la prueba de funcionamiento

Criterios	Pto.	Resultados	Aprobado/rechazado
35 °C	1	40°C	Rechazado
	2	39°C	Rechazado
	3	39°C	Rechazado
	4	39°C	Rechazado
	5	39°C	Rechazado
36 °C	1	41°C	Rechazado
	2	41°C	Rechazado
	3	40°C	Rechazado
	4	40°C	Rechazado
	5	40°C	Rechazado
37 °C	1	42°C	Rechazado
	2	42°C	Rechazado
	3	42°C	Rechazado
	4	42°C	Rechazado
	5	42°C	Rechazado
38 °C	1	42°C	Rechazado
	2	42°C	Rechazado
	3	42°C	Rechazado
	4	42°C	Rechazado
	5	42°C	Rechazado
39 °C	1	43°C	Rechazado
	2	43°C	Rechazado
	3	43°C	Rechazado
	4	43°C	Rechazado
	5	43°C	Rechazado
40 °C	1	43°C	Rechazado
	2	43°C	Rechazado
	3	44°C	Rechazado
	4	43°C	Rechazado
	5	43°C	Rechazado

Efectuado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Verificado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Protocolo de validación 3 Calificación funcional Horno 1370FM pág. 14 de 17

Título Calificación funcional Horno 1370FM Nombre del establecimiento LIPRONAT

Informe de desviaciones

Desviación:

En las mediciones de temperatura de la Calificación Funcional se realizaron 30 lecturas de 35 a 40°C en distintos días, con el horno vacío, con un precalentamiento de 4 horas como mínimo.

Se encontraron varias desviaciones, debido a que el rango de temperatura del horno es de 40 a 240°C por lo que las temperaturas medidas de 35 a 40°C varían sin que sea responsabilidad del fabricante.

Justificación de la aceptación:

Se aceptan los resultados obtenidos, debido a que el fabricante especifica en el manual el rango de temperatura de 40 a 240°C, por lo tanto las temperaturas debajo de este rango no son estables. Por lo que se indicara que temperatura se debe programar en el horno para obtener con la temperatura esperada.

Impacto sobre la operación, función o proceso:

La operación en las temperaturas de 35 a 40°C se encuentra desviada debido a que lo indicado por el fabricante es que el rango de temperatura al que trabaja el Horno es de 40°C a 240°C. Por lo que se indica cual es la temperatura que se debe programar para obtener la temperatura deseada.

Redactado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Verificado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

INFORME DE CALIFICACIÓN FUNCIONAL

Fecha de inicio del estudio	Septiembre 2012	Fecha de finalización de estudio	Septiembre 2012
-----------------------------	-----------------	----------------------------------	-----------------

OBSERVACIONES

Para determinar las temperaturas de 35 a 40°C se investigo las temperaturas a las que mas se trabaja en LIPRONAT, para lo cual el horno se dejaba precalentar por 4 horas aproximadamente y luego se procedía a realizar las mediciones, con el horno vacío se determinaba la temperatura que indicaba el horno en los 5 puntos determinados, se realizaron 30 mediciones en 30 días distintos. También debe tomarse en consideración la temperatura ambiente al momento de realizar la lectura, la cual debe hacerse rápidamente porque el termómetro de mercurio varía al abrir el horno.

PROBLEMAS ENCONTRADOS

El problema encontrado es que el rango de temperatura indicado por el fabricante en el manual no cubre hasta las temperaturas que se determinaron en la Calificación Funcional por lo que se debe determinar a través de esta calificación a que temperatura se debe programar el Horno para obtener la temperatura deseada para las temperaturas de 35 a 40°C.

INTEGRIDAD DE LA INFORMACIÓN

Las 30 lecturas de temperatura de 35 a 40°C se realizaron 30 días distintos, teniendo el Horno vacío para que la materia vegetal no interfiriera con el estudio. Se realizaron las lecturas en los 5 puntos determinados por el ente certificado para contribuir con la integridad de los resultados. Se dejaba estabilizar 5 minutos el termómetro en cada medición para cada uno de los 5 puntos.

RESULTADOS

Temperatura	Puntos	Media	Dispersión de resultados	Incertidumbre estándar
35°C	1	39.47	0.78	0.14
	2	39.43	0.90	0.16
	3	39.40	0.81	0.15
	4	39.13	0.94	0.17
	5	39.23	0.97	0.18
36°C	1	40.47	0.94	0.17
	2	40.53	1.01	0.18
	3	40.43	0.93	0.17
	4	40.03	1.13	0.21
	5	40.03	1.10	0.20
37°C	1	41.83	1.02	0.19
	2	42.03	0.85	0.15
	3	41.90	0.92	0.17
	4	41.50	0.86	0.16
	5	41.57	0.90	0.16
38°C	1	42.03	1.00	0.18
	2	42.07	1.01	0.18
	3	42.20	1.09	0.20
	4	41.73	1.14	0.21
	5	41.60	1.07	0.19
39°C	1	42.57	1.19	0.22
	2	42.93	1.05	0.19
	3	43.00	1.11	0.20
	4	42.47	1.17	0.21
	5	42.60	1.22	0.22
40°C	1	43.03	1.24	0.23
	2	43.43	1.10	0.20
	3	43.63	1.45	0.26
	4	43.43	1.19	0.22
	5	43.40	1.35	0.25

CONCLUSIONES

El valor de la media para las temperaturas de 35 a 40°C no es la que indica cuando se programa el horno, por lo que para obtener en el interior del horno 40°C el horno se debe programar a 36°C, esto analizado con el estadístico de prueba con un 95% de confianza

La dispersión de resultados al igual que la incertidumbre muestra que los datos en las 6 temperaturas de 35 a 40°C no se encuentran muy dispersas del valor lineal, lo que nos indica la estabilidad del horno.

Se puede apreciar que el punto donde más se aleja del modelo lineal es el punto 3 en las temperaturas de 35 a 40°C.

Los resultados obtenidos fueron rechazados, aunque se debe programar a 36°C para obtener una temperatura interior de 40°C la temperatura usada en LIPRONAT.

Redactado por: Christy Amarilis Tavico Pérez Fecha Septiembre 2012

Verificado por: Licda. Nereida Marroquín Fecha Octubre 2012

Vigencia: El presente protocolo estará vigente mientras no exista otro que lo sustituya, se modifique su instalación o alguno de sus componentes.

ANEXO B

Cuadro No. 1

Resultados de la calificación de funcionamiento

Temperatura	Pto	Resultados/mediciones														
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
35°C IC 95% 39.19 - 39.47	1	39°C	40°C	40°C	41°C	40°C	41°C	41°C	40°C	40°C	41°C	41°C	40°C	40°C	40°C	39°C
	2	40°C	40°C	40°C	41°C	40°C	41°C	41°C	40°C	40°C	41°C	41°C	40°C	40°C	40°C	39°C
	3	40°C	40°C	40°C	41°C	40°C	41°C	41°C	40°C	40°C	41°C	41°C	40°C	40°C	40°C	39°C
	4	39°C	40°C	40°C	41°C	40°C	41°C	41°C	40°C	40°C	41°C	41°C	40°C	40°C	40°C	38°C
	5	40°C	40°C	41°C	40°C	40°C	40°C	40°C	40°C	41°C	41°C	40°C	40°C	40°C	40°C	39°C
36°C IC 95% 40.13 - 40.46	1	40°C	42°C	42°C	41°C	41°C	42°C	41°C	41°C	42°C	42°C	41°C	40°C	41°C	40°C	40°C
	2	40°C	42°C	41°C	41°C	41°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	41°C	40°C	41°C	42°C	39°C
	3	41°C	42°C	42°C	42°C	41°C	42°C	42°C	41°C	41°C	42°C	41°C	40°C	41°C	42°C	39°C
	4	41°C	42°C	42°C	41°C	41°C	42°C	42°C	41°C	41°C	42°C	41°C	40°C	41°C	42°C	39°C
	5	40°C	42°C	42°C	41°C	41°C	42°C	41°C	41°C	42°C	42°C	41°C	40°C	41°C	42°C	39°C
37°C IC 95% 41.62 - 41.91	1	41°C	42°C	43°C	42°C	43°C	43°C	43°C	42°C	43°C	43°C	41°C	41°C	43°C	41°C	42°C
	2	41°C	43°C	42°C	42°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	41°C	41°C	43°C	41°C	42°C
	3	40°C	43°C	43°C	42°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	42°C	42°C	43°C	41°C	42°C
	4	41°C	42°C	43°C	42°C	42°C	43°C	42°C	43°C	42°C	43°C	42°C	42°C	43°C	40°C	41°C
	5	41°C	43°C	43°C	42°C	43°C	42°C	43°C	43°C	42°C	43°C	42°C	42°C	43°C	40°C	41°C
38°C IC 95% 41.76 - 42.10	1	42°C	42°C	44°C	43°C	44°C	44°C	43°C	44°C	44°C	44°C	42°C	42°C	43°C	41°C	41°C
	2	42°C	43°C	43°C	43°C	42°C	44°C	43°C	44°C	44°C	44°C	42°C	42°C	43°C	41°C	41°C
	3	42°C	43°C	43°C	43°C	44°C	43°C	44°C	44°C	44°C	44°C	42°C	42°C	43°C	41°C	41°C
	4	42°C	44°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	42°C	42°C	43°C	40°C	41°C
	5	42°C	44°C	43°C	43°C	43°C	42°C	43°C	43°C	42°C	43°C	42°C	42°C	43°C	40°C	41°C
39°C IC 95% 42.52 - 42.89	1	43°C	44°C	43°C	43°C	44°C	45°C	43°C	44°C	45°C	44°C	42°C	42°C	43°C	41°C	41°C
	2	43°C	44°C	45°C	44°C	44°C	44°C	45°C	44°C	44°C	44°C	42°C	42°C	43°C	41°C	41°C
	3	43°C	44°C	44°C	44°C	45°C	45°C	44°C	44°C	44°C	44°C	42°C	42°C	43°C	41°C	41°C
	4	43°C	44°C	45°C	44°C	44°C	44°C	44°C	44°C	44°C	44°C	42°C	42°C	43°C	41°C	41°C
	5	43°C	44°C	45°C	44°C	44°C	44°C	44°C	44°C	44°C	44°C	42°C	42°C	43°C	41°C	41°C
40°C IC 95% 43.18 - 43.58	1	44°C	44°C	45°C	43°C	44°C	45°C	43°C	44°C	45°C	43°C	43°C	43°C	43°C	41°C	42°C
	2	44°C	45°C	45°C	45°C	45°C	45°C	44°C	44°C	45°C	44°C	43°C	43°C	43°C	41°C	42°C
	3	44°C	45°C	45°C	46°C	46°C	44°C	46°C	46°C	46°C	46°C	43°C	43°C	43°C	41°C	42°C
	4	44°C	45°C	45°C	45°C	44°C	44°C	44°C	44°C	44°C	44°C	43°C	43°C	43°C	41°C	42°C
	5	44°C	45°C	45°C	45°C	45°C	44°C	45°C	45°C	45°C	45°C	43°C	43°C	43°C	41°C	42°C

Continuación Cuadro No. 1

Resultados de la calificación de funcionamiento

Temperatura	Pto	Resultados/mediciones														
		16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
35°C IC 95% 39.19 - 39.47	1	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	40°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C
	2	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C
	3	39°C	39°C	40°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C
	4	39°C	39°C	39°C	38°C	38°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	38°C	39°C
	5	39°C	39°C	39°C	38°C	38°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	39°C	38°C	39°C
36°C IC 95% 40.13 - 40.46	1	40°C	39°C	40°C	40°C	40°C	40°C	41°C	40°C	40°C	41°C	40°C	40°C	41°C	41°C	40°C
	2	40°C	41°C	40°C	40°C	40°C	40°C	41°C	40°C	40°C	41°C	40°C	40°C	40°C	41°C	40°C
	3	40°C	41°C	40°C	41°C	40°C	40°C	40°C	40°C	39°C	40°C	40°C	40°C	40°C	40°C	40°C
37°C IC 95% 41.62 - 41.91	4	39°C	40°C	39°C	39°C	39°C	40°C	40°C	40°C	39°C	39°C	40°C	40°C	39°C	39°C	39°C
	5	40°C	41°C	40°C	39°C	39°C	40°C	40°C	40°C	39°C	39°C	40°C	40°C	39°C	39°C	39°C
	1	41°C	40°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C
	2	41°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C
	3	41°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C
38°C IC 95% 41.76 - 42.10	4	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C
	5	42°C	41°C	42°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C
	1	42°C	41°C	41°C	41°C	41°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C
	2	41°C	41°C	42°C	42°C	41°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C
	3	41°C	41°C	43°C	43°C	41°C	42°C	41°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C	41°C	41°C
39°C IC 95% 42.52 - 42.89	4	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C
	5	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C	41°C
	1	41°C	41°C	41°C	42°C	42°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C
	2	42°C	43°C	42°C	42°C	42°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C
	3	41°C	43°C	43°C	43°C	42°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C
40°C IC 95% 43.18 - 43.58	4	41°C	41°C	42°C	41°C	42°C	42°C	42°C	43°C	42°C	43°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C
	5	42°C	41°C	41°C	42°C	42°C	43°C	43°C	43°C	42°C	43°C	42°C	42°C	42°C	42°C	42°C
	1	43°C	42°C	41°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C
	2	43°C	43°C	42°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C
	3	41°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C
4	42°C	42°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	
5	43°C	42°C	42°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	43°C	

Se realizaron 30 mediciones por qué es lo mínimo que puede realizarse estadísticamente para que los datos se acerquen a una distribución normal, el termómetro 1 se utilizo en las mediciones de 1-12 y el termómetro 2 en las mediciones de 13-30.

ANEXO C

Estadístico de prueba

Intervalo de confianza: 95%

H_0 = La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 35°C.

H_1 = La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 35°C.

$$x_i = 39.33$$

$$s(q) = 0.88$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 39.19 y 39.47 es mayor a 35°C, con un error menor a 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

H_0 = La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 36°C.

H_1 = La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 36°C.

$$x_i = 40.30$$

$$s(q) = 1.02$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 40.13 y 40.46 es mayor a 36°C, con un error menor al 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

H_0 = La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 37°C.

H_1 = La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 37°C.

$$x_i = 41.77$$

$$s(q) = 0.91$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 41.62 y 41.91 es mayor a 37°C, con un error menor a 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

H_0 = La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 38°C.

H_i = La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 38°C.

$$x_i = 41.93$$

$$s(q) = 1.06$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 41.76 y 42.10 es mayor a 38°C, con un error menor a 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

H_0 = La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 39°C.

H_i = La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 39°C.

$$x_i = 42.71$$

$$s(q) = 1.15$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 42.52 y 42.89 es mayor a 39°C, con un error menor a 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

H_0 = La temperatura programada es igual a la temperatura interior de 40°C.

H_i = La temperatura programada es diferente a la temperatura interior de 40°C.

$$x_i = 43.38$$

$$s(q) = 1.27$$

$$n = 150$$

$$x_i - 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < x_i + 1.96 \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Puesto que el valor calculado varía entre 43.18 y 43.58 es mayor a 40°C, con un error menor a 5%, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alterna.

ANEXO D

DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES FÍSICAS

6. DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN

Material:

- Termómetro
- 200 mL de vaselina líquida (aceite mineral)
- Tubos capilares sin heparina (por lo menos 20)
- Hilo de cobre (no confundir con alambre de cobre)
- Tapón de corcho para sostener el termómetro
- Una bolsita de hielo (por mesa de trabajo)

Descripción: Se determinará el punto de fusión de varios compuestos conocidos y a partir de los datos obtenidos, se construirá una curva de calibración del termómetro usado por cada grupo de estudiantes. Se determinará el punto de fusión de las sustancias que el instructor indique.

Definición: El punto de fusión de un sólido puro es la temperatura en la cual las fases sólida y líquida se encuentran en equilibrio.

Fundamento teórico: El valor del punto de fusión de un sólido es una de las constantes físicas de una sustancia que tiene una gran utilidad para confirmar la identidad del compuesto y muchas veces, también es de gran ayuda para determinar el grado de pureza del mismo.

El principal **factor** que afecta la temperatura de fusión de un compuesto, es la naturaleza de las fuerzas que mantiene la estructura cristalina de un sólido. Si las fuerzas son iónicas, los puntos de fusión de esos sólidos serán muy elevados (arriba de 300° C) como es el caso de las sales y compuestos inorgánicos. En la mayoría de compuestos orgánicos, las fuerzas intermoleculares son covalentes y por lo tanto presentan puntos de fusión entre 30 y 300° C.

convierte en un líquido. El punto de fusión que se reporta es la temperatura final del intervalo de fusión.

En el caso de **sustancias puras**, generalmente presentan un intervalo de fusión que no excede de 2.00°C entre la temperatura a la cual el sólido empieza a fundir y la temperatura a la cual todo el sólido ha fundido. Cuando la sustancia está impura, esta diferencia de temperaturas es más grande.

Como regla general, hay que indicar que las **impurezas** disminuyen el punto de fusión y que esta disminución es tanto mayor cuanto más impura es la sustancia, disminuyendo el punto de fusión hasta 30°C . Cuando la sustancia es impura, no se observa la nitidez en la fusión, inicia primero con un reblandecimiento, luego se convierte en un líquido opaco y después se aclara, todo este proceso suele comprender varios grados de temperatura, por lo cual el intervalo de fusión es amplio. En el caso de sustancias puras, el proceso de fusión es rápido y la sustancia empieza a fundir y se transforma en un líquido transparente, en un intervalo muy pequeño de temperatura (0.5 a 2.0°C).

El **método más comúnmente usado** para determinar el punto de fusión de un sólido es el que utiliza un tubo capilar, aunque existen otros métodos que también usan pequeñas cantidades de muestra, pero que requieren un equipo más sofisticado que el que se empleará en esta práctica.

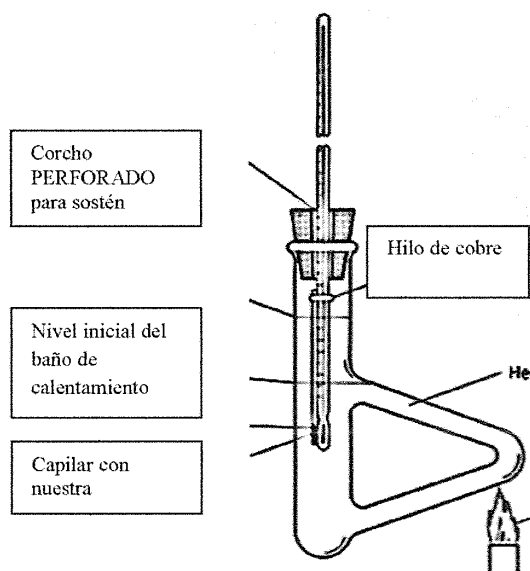


Figura 5.1: Aparato para tomar punto de fusión

Para determinar el punto de fusión usando un tubo de Thiele se usará el siguiente **equipo** (Ver la figura No. 5.1):

- **Tubos capilares:** Su función es servir de recipiente para contener el sólido al que se le determinará el punto de fusión. Deben ser tubos capilares de vidrio, de paredes finas, de 1 a 2 mm de diámetro y cerrados por un extremo. Pueden ser fabricados en el laboratorio, pero es más fácil comprar los disponibles en el comercio, teniendo cuidado de que se trate de tubos capilares sin heparina, puesto que la heparina contaminaría al compuesto y alteraría el punto de fusión.
- **Termómetro:** La función del termómetro es, obviamente, registrar la temperatura a la cual funde la sustancia. Lo ideal sería contar con un termómetro certificado, pero estos aparatos son muy caros, por lo cual debe calibrarse el termómetro que se va a emplear, ya que puede presentar variaciones en la temperatura que registra. Por regla general, los termómetros deben calibrarse cada año o más frecuentemente, dependiendo de sus uso y de las temperaturas que midan. El proceso de calibración se describe más adelante.
- **Baño de calefacción:** Existen varios tipos de baños que pueden emplearse, pero en esta práctica se usará un tubo de Thiele, que es un tubo con un diseño especial que permite una buena circulación del líquido que contiene y que en realidad constituye el baño de calefacción. Los líquidos utilizados para los baños tienen como función proporcionar un calentamiento uniforme a la sustancia a la que se le está determinando el punto de fusión y tienen que cumplir **algunos requisitos:** deben ser estables a temperaturas superiores a 200° C, no deben desprender vapores inflamables ni irritantes, y deben ser incoloros para permitir ver el tubo capilar que se encuentra en su interior. Las sustancias más utilizadas son aceite mineral o vaselina líquida, aceite de silicón, ftalato de butilo, glicerina. La glicerina es muy higroscópica, por lo que debe guardarse en frascos bien cerrados cuando no se usa. Los otros líquidos mencionados pueden dejarse dentro del tubo de Thiele.

Para que la determinación del punto de fusión de una muestra sea correcta, debe tomarse en cuenta lo siguiente:

- La muestra debe estar seca, ya que la presencia de humedad afectará el punto de fusión.
- La muestra debe pulverizarse finamente antes de colocarla en el tubo capilar.
- El capilar no debe llenarse mucho, y no debe excederse los 2 mm de muestra dentro del tubo capilar. (Ver figura 2).
- Se recomienda que una vez preparado el capilar con la muestra, se selle también el extremo superior.
- Se debe preparar al menos tres capilares para cada sustancia, porque el punto de fusión debe determinarse al menos por duplicado y de preferencia, por triplicado.

Calibración del termómetro: En los trabajos prácticos de laboratorio de Química, se utiliza con frecuencia el termómetro para la medida de temperatura. Un termómetro corriente de mercurio, sirve para medir temperaturas comprendidas entre -38° y 350° C aproximadamente. (El mercurio hierve a 356.9° C a una atmósfera de presión). Este intervalo suele bastar para la mayoría de los trabajos de laboratorio de Química Orgánica. Sin embargo, la exactitud de los termómetros que se obtienen en el comercio, varía de unos a otros. Una lectura con ellos

puede ser completamente exacta o presentar un error de hasta 54° C, especialmente a temperaturas altas. Existen termómetros calibrados según ciertas normas, en donde el máximo de desviación permitido es de 0.5° C para temperaturas hasta 100° C y de 1.0° C para temperaturas hasta 250° C, pero son bastante caros y normalmente no se usan para trabajos de rutina.

Por lo anterior, el termómetro que va a utilizarse debe ser calibrado por lo menos una vez al año. Desde el punto de vista práctico, lo mejor es calibrarlo en condiciones lo más parecidas a aquellas en las que el termómetro va a ser utilizado y después, hacer las correcciones oportunas a las lecturas obtenidas del termómetro. Siempre debe anotarse la temperatura obtenida por lectura directa del termómetro y la temperatura corregida, e indicarlo claramente en las anotaciones y reportes.

En la calibración del termómetro, se determinan los puntos de fusión de por lo menos cinco sustancias puras, de punto de fusión conocido. Además debe determinarse el cero con una mezcla de hielo-agua, y se comparan las lecturas del termómetro, con los valores teóricos del punto de fusión para así construir una gráfica de calibración del termómetro.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1. Verifique que su tubo de Thiele no tenga agua. No se preocupe si no está limpio o si tiene restos de aceite mineral. Llene el tubo con aceite mineral hasta cubrir justamente la entrada superior del brazo lateral.
2. Sujete el tubo a un soporte, usando pinzas universales que no tengan recubrimiento plástico, porque pueden pegarse al tubo a temperaturas altas. Por seguridad, puede cubrir las mandíbulas de la pinza con papel aluminio. Consulte a su instructor.
3. Cierre un extremo de los tubos capilares que va a emplear. Siga las indicaciones del instructor.
4. Pulverice finamente la muestra. Cuide de no contaminarla.
5. Introduzca la muestra dentro del tubo capilar, hasta alcanzar una altura de 2 mm dentro del tubo, bien empacada. Es conveniente que todos los tubos capilares usados para hacer varias determinaciones de la misma sustancia, tengan la misma cantidad de muestra. Cierre el extremo superior del capilar.

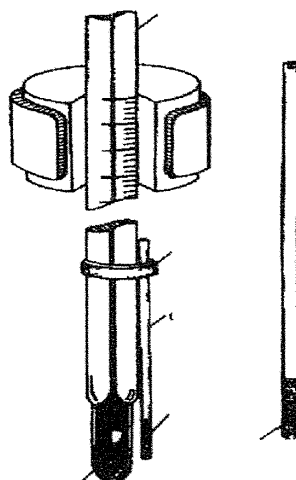


Figura 5.2

6. Coloque el termómetro dentro de un corcho perforado. **PRECAUCIÓN.** El corcho servirá de sostén al termómetro, pero **no tapaná el tubo de Thiele** y no debe obstruir la lectura de la temperatura a la cual funde la muestra. (Vea figura 2).
7. Sujete el tubo capilar al termómetro, amarrándolo con un hilo de cobre o con un trocito de manguera de hule. Si usa hule y este queda dentro del aceite mineral, puede contaminar el aceite y además, a cierta temperatura puede romperse. Lo mismo sucede con el hilo ordinario.
8. Verifique que el capilar con la muestra quede bien alineado con el bulbo del termómetro (Vea figura 5.2).
9. Coloque el termómetro con la muestra dentro del tubo de Thiele, cuidando que no toque las paredes del tubo y que el bulbo del termómetro quede a la altura adecuada.¹
10. Inicie el calentamiento, ajustando el incremento de temperatura de 3 a 5° C por minuto inicialmente. Se debe calentar el codo del brazo lateral del tubo de Thiele, ya que está diseñando de tal manera, que el líquido del baño circulará por todo el tubo, sin necesidad de calentar en otro sitio.
11. En el caso de muestras conocidas, cuando la temperatura esté a 10 o 15° C **abajo** del punto de fusión, **ajuste el calentamiento** de manera que la elevación de temperatura sea ahora de 1° C por minuto².
12. Observe atentamente la muestra y anote la temperatura a l cual empieza a licuarse y adherirse a la pared del tubo capilar y **en ese momento debe suspender inmediatamente el calentamiento**. Seguidamente, anote la temperatura a la cual la muestra queda completamente fundida³ (contenido claro y formación de menisco). Estas dos temperaturas constituyen el intervalo de fusión.

¹ Antes de proseguir, pida al instructor que revise su sistema.

² No flamee el tubo de Thiele

³ Puede usar una lente de aumento para ayudarse en esta tarea

13. Antes de sacar el termómetro del baño de calentamiento, debe dejar enfriar 20° C por debajo del punto de fusión de la sustancia, si ésta funde a menos de 100° C. Si la sustancia funde arriba de 100° C, debe dejar enfriar al menos a 80° C antes de sacar el termómetro. Si no toma estas precauciones, los cambios bruscos de temperatura afectarán el termómetro y será inútil todo su trabajo de calibración.
14. Se repite otra vez la determinación, usando otro tubo capilar y otra porción de muestra. Si es lo suficientemente cuidadoso en sus determinaciones, no existirá variación en los intervalos de fusión medidos.

Referencias

- Shriner R. Et. Al. Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. México, Limusa. 1988. 479 pp
- Jacobs T. Et Al. Laboratory Practice of Organic Chemistry. New York, MacMillan. 1974. 463 pp.
- Pavia D. Et al. Organic Laboratory Techniques. 2nd. Ed. New York, Saunders. 1987. 675 pp.

B: Propiedades de las sustancias a usar

Muestra	Color	Aspecto del sólido	P.Fusión Teórico °C

Fuente: Datos obtenidos experimentalmente


C: Determinación experimental del punto de fusión

Sustancia	Repetición	T inicial °C	T final °C	intervalo	Pto. Fusión
	1				
	2				
	3				
	1				
	2				
	3				
	1				
	2				
	3				
	1				
	2				
	3				

Fuente: Datos obtenidos experimentalmente

D: Observaciones experimentales:

ANEXO C

	FORMULARIOS ADMINISTRATIVOS	CODIGO FA-01 VERSION 7 PAGINA 1 de 4
---	--	--

Merck, S.A. 12 av. 0-33 zona 2 Mixco, Guatemala

Fecha	2012-01-16
Area/Depto.	Química/Servicio Técnico
Atención a:	Mario Cuevas/César Urrea
Teléfono	(502) 2410 2339/2410 2341
Fax	(502) 2410 2238
e-mail	mario.cuevas@merck.com.gt cesar.urrea@merck.com.gt
ID de oferta	Lipronat 2012-01-16
Referencia	

Señores:

Universidad de San Carlos
Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia
Laboratorio de Investigación de Productos Naturales
Atención: Christy Tavico
Presente.

Estimados señores:

Por este medio les presentamos la oferta de servicio que incluye mantenimiento preventivo, calificación operativa (eng. OQ) o calibración para los siguientes instrumentos de nuestras marcas representadas:

1.1 Horno de convección/ Incubadora / Cuarto frío

Incluye una visita de mantenimiento preventivo y caracterización del equipo. Para realizar la calificación del equipo se realizan las siguientes pruebas:

- Exactitud
- Estabilidad
- Uniformidad

Se extiende un certificado de calificación operativa. El procedimiento utilizado para la calificación del equipo es el siguiente: PC-07 "Procedimiento para la calificación de Horno de convección".

2. Alcance

2.1 Evaluación inicial

Antes de empezar con el servicio de cada instrumento el personal técnico realiza una evaluación de los factores que pueden afectar las mediciones, si se detecta cualquier anomalía que ponga en duda la validez del servicio se dará aviso al personal



FORMULARIOS ADMINISTRATIVOS

CODIGO FA-01
VERSION 7
PAGINA 2 de 4

responsable designado por el cliente para que se tomen las medidas y/o acciones adecuadas.

El personal técnico calificará la apariencia y el funcionamiento del instrumento en forma general y de ésta manera se procederá a efectuar el servicio del equipo. Si se encuentra un problema con el instrumento el cual impida la realización del servicio contratado, se procurará solucionar el problema y posteriormente se efectuará el servicio contratado al instrumento.

Los cargos de servicio o repuestos por reparaciones no se incluyen en la oferta de servicio de mantenimiento preventivo, por lo que el cliente acepta realizar el pago extraordinario por este rubro si se diera el caso.

Para equipos o instrumentos que no hayan sido adquiridos en Merck S.A., o cuyas marcas no sean representadas por la empresa, es necesario que el cliente proporcione el manual de usuario o la información técnica referente a los mismos.

Para estos casos el alcance de las actividades descritas anteriormente puede estar limitado únicamente a la calibración y/o calificación.

2.2 Servicio

Para realizar el servicio de cada uno de los instrumentos adquiridos en Merck S.A., se siguen las recomendaciones de servicio de cada uno de los fabricantes de las marcas representadas a través de procedimientos estándar de operación.

2.3 Calibración y Calificación operativa (OQ)

Para realizar la calibración de los instrumentos se tienen procedimientos documentados los cuales se basan en normativas, guías y recomendaciones internacionales; éstos forman parte del sistema de gestión de calidad del departamento de Servicio Técnico.

Los certificados de calibración son realizados de acuerdo a norma COGUANOR NTG/ISO 17025:2005, a solicitud del cliente se les puede incluir copia de los certificados de los patrones o materiales de referencia utilizados en el servicio.

Merck S.A. aceptará solicitudes de cambio de los certificados emitidos dentro de un período máximo de 15 días hábiles posterior a la entrega de los mismos. Los cambios o reposiciones solicitadas después de la fecha tendrán un costo de US\$15.00 por certificado.

Cuando es posible se realiza una estimación de incertidumbre de medición, utilizando un factor de cobertura K necesario para reportarse con un 95% de confianza.

* La mejor capacidad de medición se obtiene de un instrumento en condiciones ideales de uso, la incertidumbre reportada será la que resulte de la calibración.



Para la realización de la calificación operativa (OQ), se especifican las tolerancias permitidas según el fabricante acompañado del resultado obtenido para la prueba.

2.4 Responsabilidad y autoridad

El Gerente de Administración y Logística es el responsable directo de cada una de las actividades desarrolladas por el personal técnico del departamento.

3. Personal

El personal cuenta con la competencia técnica documentada para poder seguir los procedimientos que forman parte del sistema de calidad.

El personal que realiza el servicio lleva consigo una copia controlada del procedimiento de calificación y/o calibración a seguir.

El cliente puede solicitar por escrito una copia física de la competencia técnica del personal cuando lo considere necesario.

4. Registro de datos

En las instalaciones del depto. de Servicio Técnico se mantiene un registro del servicio realizado a cada uno de los instrumentos, así como una copia electrónica del certificado de calibración o calificación por un periodo de 4 años.

5. Responsabilidades de Merck S.A.

- 5.1 Mantener un historial de visitas de cada instrumento/equipo.
- 5.2 Disponibilidad de mano de obra requerida.
- 5.3 Realizar las calibraciones de acuerdo a la norma COGUANOR NTG/ISO 17025 vigente y las calificaciones de acuerdo a los SOP's del fabricante.
- 5.4 Llenar los documentos y formatos requeridos por el cliente para el control interno de sus equipos.
- 5.5 Entregar los certificados de calibración y/o calificación en un lapso no mayor de 15 días después de finalizado el servicio.
- 5.6 Merck S.A. se reserva el derecho de entrega de los certificados si el cliente no cumple con el trámite de pago de los servicios contratados.
- 5.7 Para equipos que no sean distribuidos por Merck S.A. el servicio es limitado, solamente se ofrece el servicio de calibración o calificación.

6. Responsabilidades del cliente

- 6.1 El cliente acepta que el instrumento por el que solicita servicio se encuentra en buen estado de operación y que no presente fallas.
- 6.2 Proporcionar un área adecuada y el tiempo necesario para la realización del servicio.



**FORMULARIOS
ADMINISTRATIVOS**

CODIGO FA-01
VERSION 7
PAGINA 4 de 4

6.3 Al firmar el reporte de servicio cuando finaliza el trabajo contratado acepta a conformidad el servicio brindado.

6.4 A fin de confirmar el recibo de los certificados, el cliente puede solicitar y enviar a Merck el FA-03 "Retroalimentación y entrega de certificados", en donde también puede realizar sus observaciones sobre el servicio en general recibido.

7. Listado de Precios

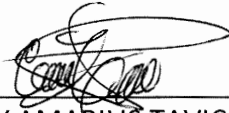
	Equipo/Instrumento	Marca	Modelo o rango	Magnitud	Precio	Cantidad	Sub-Total
1	Incubadora	VWR	1370	°C	Q1 400	1	Q1 400
TOTAL EN QUETZALES (Incluye IVA)							Q1 400

El cliente puede enviar la presente oferta aceptada (firma y sello de la empresa) o la orden de compra por los servicios a contratar como registro de la aceptación del presente documento.

Atte.,

Mario Alfonso Cuevas
Encargado de Servicio Técnico

César Javier Urrea
Asistente de Servicios



CHRISTY AMARILIS TAVICO PÉREZ

Autora



LICDA. AYLÍN SANTIZO JUÁREZ

Asesora



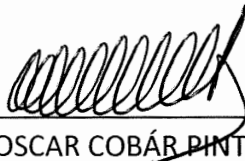
LICDA. JULIA AMPARO GARCÍA BOLAÑOS

Revisora



LICDA. LUCRECIA MARTÍNEZ DE HAASE

Directora Escuela Química Farmacéutica



Ph. OSCAR COBÁR PINTO

Decano Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia