

	<p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-71</p>
<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>		<p>PAGINA: 1 de 56</p>
<p>Elaborado o modificado por:</p> <p>Lic. Kevin Alpizar Chacón Técnico Laboratorista Forense, Sección de Química Analítica</p> <p>M. Sc. Esteban Villagra Quesada Perito Judicial 2, Sección de Química Analítica</p>		<p>Revisado por Líder Técnica:</p> <p>Licda. Ginnette Amador Godoy Perito Judicial 2 Líder Técnica, Sección de Química Analítica</p>
<p>Visto Bueno Encargado de Calidad:</p> <p>M.Sc. Jorge Cartín Elizondo Encargado de Calidad, Sección de Química Analítica</p>	<p>Aprobado por:</p> <p>Licda. Patricia Fallas Meléndez Jefatura, Sección de Química Analítica</p>	

CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
---------	---------------------	-------------------	------------------------	-----	----------------



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES
ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ)
PODER JUDICIAL, COSTA RICA

PROCEDIMIENTO DE
OPERACIÓN NORMADO
ESPECIFICO

**Procedimiento para Cuantificar y Detectar
Simultáneamente Metanol, Etanol y
Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de
Etanol por Alcoholimetría en Bebidas
Alcohólicas Destiladas Y Fermentos**

P-DCF-ECT-QUI-71

VERSION: 04

Rige desde: 15/02/2023

PAGINA: 2 de 56

01	02/03/2020	1 2/ 0 2/ 2 0	Versión Inicial del Procedimiento	03-20	PFM
----	------------	--	-----------------------------------	-------	-----

	<p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcohólimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-71</p>			
<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>		<p>PAGINA: 3 de 56</p>			
		<p>2</p> <p>1</p>			

COPIA NO CONTROLADA

	<p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-71</p>
<p>VERSION: 04</p>		<p>Rige desde: 15/02/2023</p>
<p>02</p> <p>1</p> <p>2/</p> <p>0</p> <p>2/</p> <p>2</p> <p>0</p>		<p>17/03/2021</p> <p>Cambios Generados en la Validación con la Columna Agilent HP PLOT Q Megabore/ 19095P-Q04</p> <p>02-21</p> <p>PFM</p>

	<p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcohología en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-71</p>
<p>VERSION: 04</p>		<p>Rige desde: 15/02/2023</p>
<p>2 1</p>		<p>PAGINA: 5 de 56</p>

COPIA NO CONTROLADA



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES
ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ)
PODER JUDICIAL, COSTA RICA

**Procedimiento para Cuantificar y Detectar
Simultáneamente Metanol, Etanol y
Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de
Etanol por Alcoholimetría en Bebidas
Alcohólicas Destiladas Y Fermentos**

PROCEDIMIENTO DE
OPERACIÓN NORMADO
ESPECIFICO

P-DCF-ECT-QUI-71

VERSION: 04

Rige desde: 15/02/2023

PAGINA: 6 de 56

03	17/03/2021	1 5/ 0 2/ 2 0	Corrección de un Diagrama 7.1	06-21	MOZ
----	------------	------------------------------	-------------------------------	-------	-----

	<p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-71</p>			
<p>VERSION: 04</p> <p>Rige desde: 15/02/2023</p>		<p>PAGINA: 8 de 56</p>			
<p>04</p>	<p>1 5/ 0 2/ 2 0</p>	<p>COPIA NO CONTROLADA</p>	<p>Se eliminan los análisis de comparación de licores y se ajustan criterios de aceptación del análisis cualitativo de metano y etanol</p>	<p>01-23</p>	<p>PFM</p>

	<p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p>Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos</p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO</p> <p>P-DCF-ECT-QUI-71</p>			
<p>VERSION: 04 Rige desde: 15/02/2023</p>		<p>PAGINA: 9 de 56</p>			
	<p>2</p> <p>3</p>		<p>COPIA CONTROLADA</p>		

**ESTE PROCEDIMIENTO ES UN DOCUMENTO CONFIDENCIAL
PARA USO INTERNO DEL DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES
SE PROHÍBE CUALQUIER REPRODUCCIÓN QUE NO SEA PARA ESTE FIN**

La versión oficial digital es la que se mantiene en la ubicación que la Unidad de Gestión de Calidad defina. La versión oficial impresa es la que se encuentra en la Unidad de Gestión de Calidad. Cualquier otro documento impreso o digital será considerado como copia no controlada

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 10 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

1 Objetivo:

Describir en forma detallada el procedimiento, los criterios y pasos para cuantificar metanol, etanol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos provenientes de decomisos y sitios de sucesos, mediante la técnica de cromatografía de gases con detector de ionización de llama (GC-FID), así como detectar y confirmar la identidad del metanol, el etanol y el etilenglicol en éste tipo de bebidas por cromatografía de gases con doble columna y detector de ionización en llama (GC-FID/FID), utilizando en ambos análisis un Cromatógrafo de Gases marca Agilent Technologies 7890B.

2 Alcance:

Este PON permite realizar el análisis cuantitativo y cualitativo de metanol, etanol y en el caso del etilenglicol solamente de manera cualitativa mediante el uso de una columna Agilent HP PLOT Q (widebore) en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos que provienen de decomisos realizados por la Policía de Control Fiscal (PCF) e indicios recolectados por investigadores del OIJ en sitios de sucesos o alguna policía administrativa del país.

El análisis cuantitativo y cualitativo de metanol y etanol, también se puede realizar mediante el uso de una columna Agilent HP PLOT Q Megabore (lo usual es utilizar la columna con dimensiones de widebore). Cabe señalar, que el análisis cuantitativo y cualitativo de etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos, no se puede realizar con la columna Agilent HP PLOT Q Megabore.

La cuantificación e identificación del metanol y el etanol es determinada en un ámbito de análisis lineal de (0 a 0.1) % v/v para el metanol y (0 a 44) % v/v para el etanol.

La determinación cualitativa de etilenglicol es determinada en un ámbito de análisis lineal de (0 a 0.16) % v/v.

El método de cuantificación de metanol, etanol para el análisis de bebidas alcohólicas destiladas y fermentos, utilizando una columna Agilent HP PLOT Q widebore, presenta un límite de detección de 0.002 % v/v para el metanol, 0.4 % v/v para el etanol y 0.06 % v/v para el etilenglicol (ver informe de validación 008-QUI-VAL-2019). Además, presenta un límite de cuantificación de 0.007 % v/v para el metanol, 1.3 % v/v para el etanol (ver informe de validación 008-QUI-VAL-2019).

El método de detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol para el análisis confirmatorio con doble columna y detector de ionización en llama (GC-FID/FID), de bebidas alcohólicas destiladas y fermentos, utilizando una columna Agilent HP PLOT Q widebore en el sistema de inyección del frente y una columna Agilent HP-Wax en el sistema de inyección trasero, presenta un límite de detección de 0.004 % v/v para el metanol, 1.6 % v/v para el etanol y 0.02 % v/v para el etilenglicol en la columna del frente (ver informe de validación 008-QUI-VAL-2019-B). Para la columna trasera presenta un límite de detección de 0.001 % v/v para el metanol, 0.8 % v/v para el etanol y 0.003 % v/v para el etilenglicol (ver informe de validación 008-QUI-VAL-2019-B).

El método de cuantificación de metanol y etanol para el análisis de bebidas alcohólicas destiladas y fermentos, utilizando una columna Agilent HP PLOT Q Megabore, presenta un límite de detección de 0,0009 % v/v para el metanol y de 0,006 % v/v para el etanol (ver informe de validación 011-QUI-VAL-2020 -A). Además, presenta un límite de cuantificación de 0,003 % v/v para el metanol y 0,02 % v/v para el etanol (ver informe de validación 011-QUI-VAL-2020 -A).

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 11 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

El método de detección e identificación de metanol y etanol para el análisis confirmatorio con doble columna y detector de ionización en llama (GC-FID/FID), de bebidas alcohólicas destiladas y fermentos, utilizando una columna Agilent HP PLOT Q widebore en el sistema de inyección del frente y una columna Agilent HP-Wax en el sistema de inyección trasero, presenta un límite de detección de 0,007 % v/v para el metanol y 0,007 % v/v para el etanol en la columna del frente (ver informe de validación 011-QUI-VAL-2020-B). Para la columna trasera presenta un límite de detección de 0,002 % v/v para el metanol, y 0,02 % v/v para el etanol (ver informe de validación 011-QUI-VAL-2020-B).

Este procedimiento también incluye el re-proceso, impresión y firma de los resultados, pasos finales necesarios para completar el análisis de todas las muestras que se inyectan en el Cromatógrafo de Gases marca Agilent Technologies 7890B, con doble detector FID.

3 Referencias:

Pérez, C. (2019). Procedimiento para la validación de métodos de análisis forenses P-DCF-ECT-JEF-05 versión 7.

Informe de validación para la cuantificación de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID 008-QUI-VAL-2019.

Informe de validación para la detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID/FID 008-QUI-VAL-2019-B.

Informe de validación para la detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID/FID 011-QUI-VAL-2020-A.

Informe de validación para la detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID/FID 011-QUI-VAL-2020-B.

Alpizar, K. (2019). Desarrollo de una metodología para cuantificar metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por cromatografía de gases con detector de ionización en llama (GC-FID), para la resolución objetiva de crímenes y delitos en Costa Rica. Tesis. Universidad de Costa Rica. Costa Rica.

NCR 107:1990 "Norma de Bebidas Alcohólicas. Toma de muestra". La Gaceta. Diario Oficial.

La Gaceta: diario oficial (2009). "Reglamento de Concesión de Licores en FANAL". 19 de noviembre, N° 225, San José, Costa Rica. Páginas. 1-11.

La Gaceta: diario oficial (1990). "RTCR 23:1990. Norma de Bebidas Alcohólicas. Nomenclatura y Clasificación". 7 de setiembre, N° 169, año CXII, San José, Costa Rica. Páginas. 1-6.

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcolimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

Procedimiento para el Montaje de Secuencia de Análisis e Rutina en

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 13 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos	P-DCF-ECT-QUI-71	

GC- FID y GC-FID- FID, P-DCF- ECT-QUI-59 versión vigente.

Hoja de cálculo estandarizada para el cálculo de resultados del análisis cuantitativo de Metanol y Etanol por GC FID (CON dilución) H-DCF-ECT-QUI-09

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

**versión
vigente.**

**Hoja de cálculo
estandarizada
para el cálculo
de resultados**

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcohometría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

del análisis cuantitativo de Metanol y Etanol por GC FID (SIN dilución) H- DCF-ECT-

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

QUI-11

versión

vigente.

Hoja

estandarizada

para el cálculo

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcolimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

de índices de retención en el análisis cualitativo de licores por GC FID (MEGABORE)

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

H-DCF-ECT- QUI-12 versión vigente.

4. Equipos y Materiales:

Balones aforados de 5 mL.

Beakers de 5 mL, 50 mL y 100 mL

Capilla de extracción de gases

Carro de laboratorio

Columna Cromatográfica Agilent HP PLOT Q widebore 30 m x 320 μ m x 20 μ m o similar.

Columna Cromatográfica Agilent HP-Wax 30 m x 0.25 μ m x 0.25 mm o similar.

Columna Cromatográfica Agilent HP PLOT Q Megabore 30 m x 530 μ m x 4 0 μ m o similar.

Cromatógrafo de gases marca Agilent Technologies 7890B, configurado con dos detectores de ionización en llama (FID).

Computadora GC FID 02.

Computadora para compilación y firma, así como dispositivo de firma digital.

Dispositivo de memoria USB

P-DCF-GCG-JEF-001-R3, Versión 01

Emitido y Aprobado por Unidad de Gestión de Calidad

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 19 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

Gabacha

Generador de hidrógeno

Generador de nitrógeno

Generador de aire

Goteros plásticos nuevos

Gradillas para viales

Guantes desechables

Marcador de tinta indeleble para vidrio.

Micropipetas de (10 a 100) uL.

Micropipetas de (100 a 1000) uL

Papel toalla

Probetas de 250 mL y de 1000 mL de capacidad

Software ChemStation y *software* para la transformación y tratamiento de documentos en formato pdf.

Tapas con septum para viales

Viales nuevos con tapas de 4 mL

Viales nuevos de 1.5 mL

Crimper electrónico para tapas de viales de 1,5 mL.

5. Reactivos y Materiales de Referencia:

Agua destilada.

Disolución madre 1 % v/v de metanol. (Ver preparación en apartado 7.1)

Disolución madre 10 % v/v de 1-propanol. (Ver preparación en apartado 7.1)

Detergente para cristalería, preferiblemente no iónico, o similar.

Etanol absoluto.

Estándar analítico de metanol 99.9 % v/v.

Estándar analítico de etanol 10 % v/v.

Estándar analítico de etilenglicol 99.9 % v/v.

1-propanol grado reactivo.

6. Condiciones Ambientales:

P-DCF-GCG-JEF-001-R3, Versión 01

Emitido y Aprobado por Unidad de Gestión de Calidad

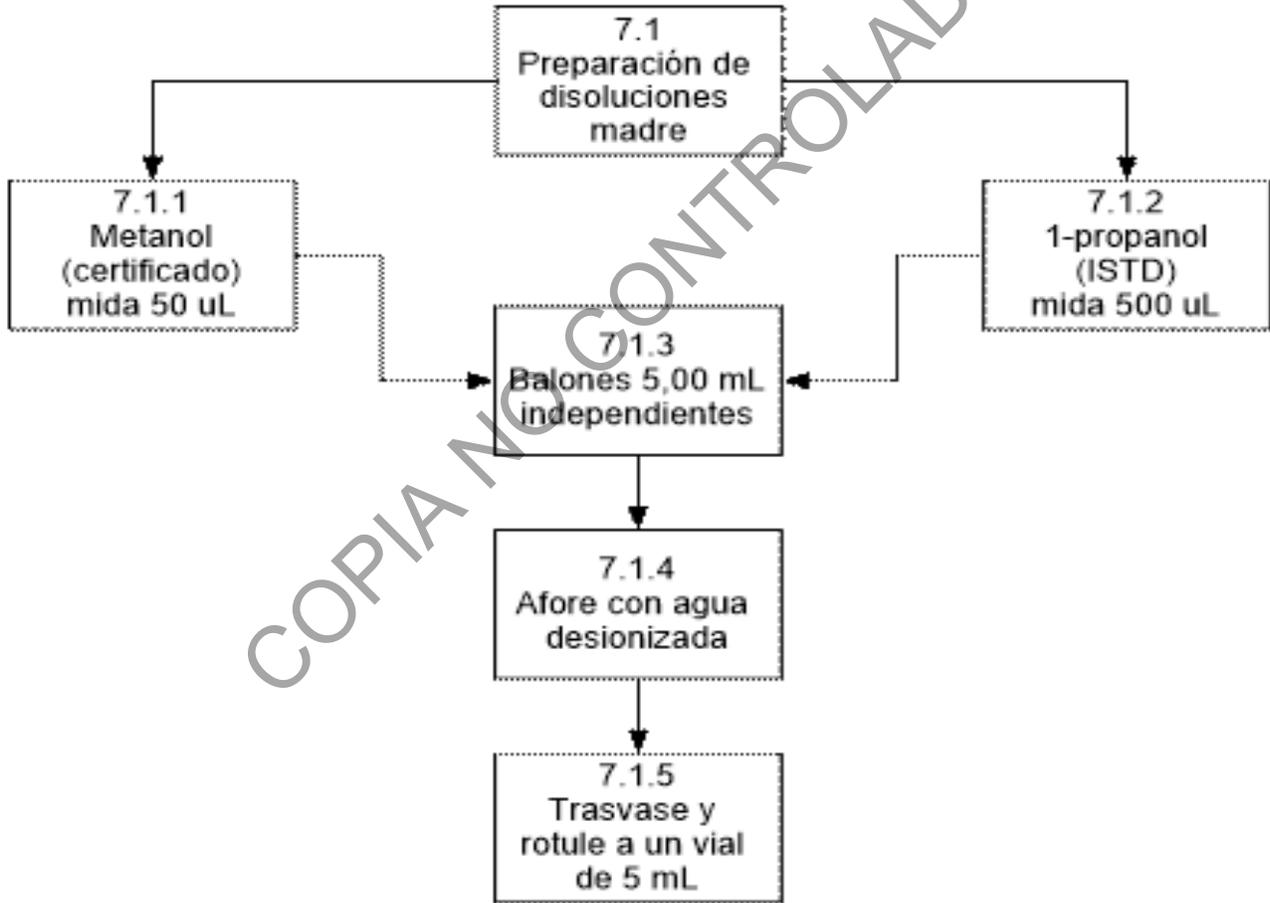
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 20 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

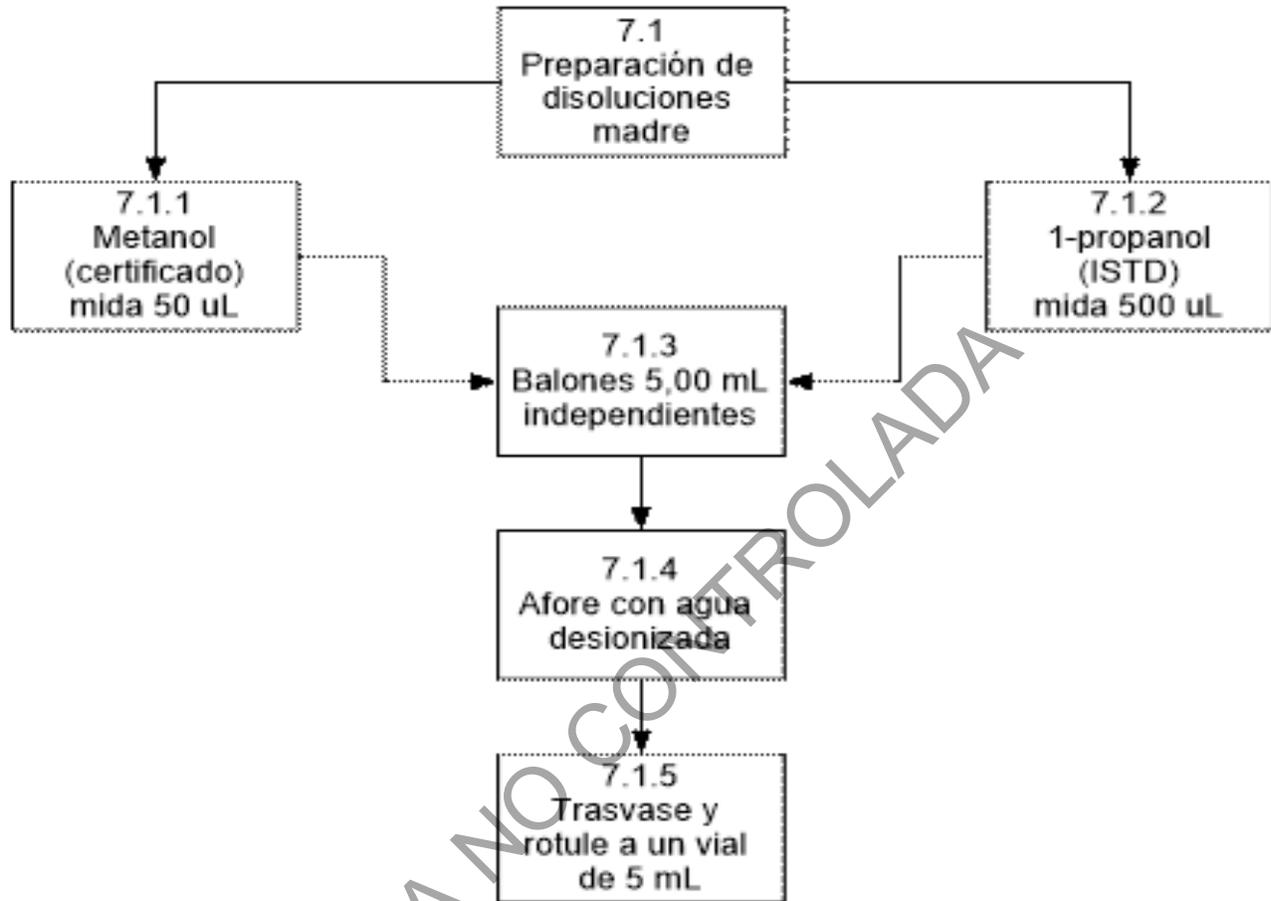
Las condiciones ambientales temperatura y humedad no afectan los resultados de este análisis según se establece en la Oportunidad de Mejora de la auditoría interna 2020 ME-2020-006-QUI y el Comunicado 2020-032-CAL-QUI.

Nota No. 1: La humedad relativa y la temperatura deben de controlarse en caso de que los equipos de aire acondicionado no estén en funcionamiento.

7. Procedimiento:

7.1 Preparación de las disoluciones madre



Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos**P-DCF-ECT-QUI-71****7.2 Preparación de las disoluciones para el análisis cuantitativo y cualitativo (inyección dual)****7.2.1 Preparación de la curva de calibración para el análisis cuantitativo**

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 22 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

Nota No.2 Los seis niveles de calibración en el ámbito de análisis lineal son de (0 a 0.1) % v/v para el metanol y de (0 a 44) % v/v para el etanol, a partir de disoluciones madres 1 % v/v de metanol y etanol absoluto al 99.9% v/v.

Cuadro No. 1 Medición de volúmenes y cálculo de concentraciones de los niveles de calibración para cada analito.

Alcohol	Niveles de concentración	Factor de dilución		Cocentración (%v/v)
		Alicuota (µL)	Balón (mL)	
Etanol	N1	0	5	0
	N2	200		4.0
	N3	700		14.0
	N4	1200		24.0
	N5	1700		34.0
	N6	2200		44.0
Metanol	N1	0		0
	N2	100		0.02
	N3	200		0.04
	N4	300		0.06
	N5	400		0.08
	N6	500		0.1

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 23 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos	P-DCF-ECT-QUI-71	

Nota No. 3 Es importante señalar, que no se prepara una disolución madre de etanol, debido a que los patrones primarios de etanol que se tienen poseen una concentración de 10 % v/v, los cuales imposibilitan la opción de preparar una disolución madre que permita cubrir el ámbito lineal de análisis de (4 a 44) % v/v. Es por lo expuesto anteriormente, que se debe utilizar etanol absoluto al 99.9 % v/v, previamente cuantificado a partir de los patrones primarios de etanol 10 % v/v. El etanol absoluto al 99.9 % v/v se cuantifica cada 3 meses si se tienen casos de forma continua, si no hay casos por un periodo mayor a los tres meses, se cuantifica en el momento en que se realice un lote de análisis de casos de licores.

Nota No. 4 La
curva de
calibración
inyectada en el
equipo tiene una

validez de 72 horas. Dicho periodo de tiempo empieza a transcurrir a partir del momento en que

se inyecta el tercer replicado del N6 en el GC-FID. Es decir, todas aquellas muestras que hayan sido

inyectadas durante el periodo de las 72 horas, pueden ser reprocesadas con dicha curva de calibración.

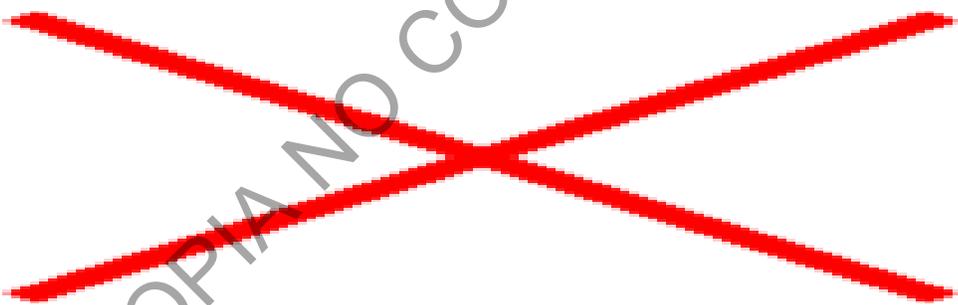
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 27 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos	P-DCF-ECT-QUI-71	

7.2.2 Preparación de la disolución patrón de metanol, etanol, 1-propanol como estándar interno (ISTD) y etilenglicol para el análisis cualitativo (inyección dual)

7.2.2.1 A partir de las disoluciones madres de metanol 1 % v/v y de 1-propanol 10 % v/v observadas en el apartado 7.1, así como de etanol absoluto al 99.9% v/v y de patrón primario de etilenglicol al 99.9 % v/v, proceda a preparar tres disoluciones patrón de metanol, etanol, 1-propanol (ISTD) y etilenglicol (N1, N2 y N3), tal y como se observa en el **Cuadro No. 2**.

Nota No. 5 Las concentraciones de metanol, 1-propanol y etilenglicol son las mismas en cada una de las disoluciones patrón: N1, N2 y N3. Lo que varía en cada una de ellas, es la concentración de etanol y se deben inyectar al inicio y final de la secuencia de análisis en el GC-FID.

Cuadro No. 2 Medición de volúmenes e indicación de las concentraciones para cada analito en la preparación de la disolución patrón de metanol, etanol, 1-propanol (ISTD) y etilenglicol.



7.3 Preparación de las muestras

Nota No. 6
Dado que las

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcohometría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

muestras que se
analizan
presentan
concentraciones
incógnitas de
metanol y
etanol, en caso

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

de requerirse, se
pueden realizar
análisis y/o
pruebas
preliminares
mediante
técnicas como

Espectrometría FTIR-ATR y Raman. Lo anterior, con la finalidad de obtener una estimación

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

aproximada de
la concentración
de dichos
analitos en este
tipo de matrices
y así evitar dañar
las columnas

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcolimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

cromatográficas por inyección de muestras de bebidas alcohólicas con elevadas concentraciones

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

de metanol y/o etanol.

Nota No. 7 El esquema analítico a seguir en el análisis de bebidas

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

alcohólicas
destiladas y
fermentos por
GC-FID, es
primeramente
realizar el
análisis

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

cuantitativo de
metanol y
etanol. Una vez
finalizado el
análisis
cuantitativo, se
procede a

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcolimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

realizar el
análisis
cualitativo
confirmatorio
con doble
columna y
detector de

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

ionización en llama (GC- FID/FID).

7.3.1 Preparación de muestras para análisis cuantitativo

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 38 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos	P-DCF-ECT-QUI-71	

Nota No. 8 Se debe llenar los viales hasta la capacidad máxima y cerrarlos con tapa con séptum para evitar procesos de condensación de los analitos volátiles en las paredes de los viales.

7.3.2 Preparación de muestras para análisis cualitativo (inyección dual)

7.3.2.1 Rotule cada vial y coloque en una gradilla para transportar al equipo.

7.3.2.2 Transfiera 1 mL de cada muestra a sendos viales de 1.5 mL (son dos viales por muestra) y agregue 30 microlitros de la disolución de 1-propanol de estándar interno (ISTD) de 10 % v/v.

7.3.2.3 Coloque una tapa con septum y asegure que está bien cerrado.

7.4 Montaje de secuencias de análisis de viales preparados para cuantificar metanol y etanol.

7.4.1 Para el montaje de secuencias de análisis de viales preparados para cuantificar metanol y etanol ver los puntos 7.2.1 al 7.2.18 del Procedimiento para el montaje de secuencia de análisis de rutina en GC-FID P-DCF-ECT-QUI-59.

7.5 Montaje dual de secuencias de análisis de viales preparados para detectar e identificar metanol, etanol y etilenglicol

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 39 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

7.5.1 Para el montaje de secuencias de análisis de viales preparados para detectar e identificar metanol, etanol y etilenglicol ver los puntos 7.3.1 a 7.3.5 del Procedimiento para el montaje de secuencia de análisis de rutina en GC-FID P-DCF-ECT-QUI-59.

7.6 Re-proceso de resultados obtenidos

7.6.1 Aplica para los resultados obtenidos con la metodología de cuantificación y también para los resultados obtenidos con la metodología de detección e identificación dual de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos.

7.7. Elaboración de informes de análisis y disposición de los resultados obtenidos a partir de la metodología de cuantificación de metanol, etanol y etilenglicol

7.7.1 Para cada analito analizado con la metodología de cuantificación de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos, verifique que se cumplen con los criterios generales establecidos en el apartado 8, entrada 8.1 del Cuadro. Además, para el caso del metanol, el etanol y el etilenglicol, que se cumplen los criterios establecidos en las entradas 8.2, 8.3 y 8.4 respectivamente.

7.7.2 Revise que en la carpeta denominada Resultados, en el escritorio de la computadora, aparecen todos los archivos re-procesados en el sub-apartado anterior. Estos archivos tienen formato PDF (.pdf).

7.7.3 Agrupe los archivos correspondientes a un mismo número de caso (con indicios u objetos con el mismo número de orden de trabajo), en una carpeta con el nombre respectivo.

7.7.4 Utilice el programa *PDFreDirect* (o similar) instalado en la computadora del GC FID 02 para crear un único archivo con los resultados del caso, siempre que no se exceda un máximo de 5 MB (esto por restricciones de memoria de los archivos que se pueden incorporar en el SADCF). En caso de ser necesario, crear varios archivos con los resultados parciales del caso.

7.7.5 Nombre cada uno de los archivos en formato PDF de la siguiente manera: N.º DCF Caso-X (donde X puede ser 1,2, ..., n) para indicar la cantidad de archivos asociados a una orden de trabajo para incorporar al SADCF.

7.7.6 Firme digitalmente los archivos utilizando el programa llamado "FirmadoDigital". Una vez realizado lo anterior, todos los archivos se almacenan en la carpeta de resultados instrumentales en la unidad Z:\Peritos\Resultados Instrumentales\FID\FID02 LICORES. Para esto se utilizan carpetas con el nombre de la secuencia en formato ddMESaa.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 40 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

7.7.7 Incorpore de manera manual o por medio de un RAS los resultados instrumentales en formato PDF al SADCF. Elimine del carrusel del autosampler del instrumento, las muestras que se han analizado y cuyos informes se han procesado (ver punto 11, para el descarte final de estas muestras).

7.7.8 Almacene el patrón mix de metanol, etanol, 1-propanol (ISTD) y etilenglicol en la carpeta digital Z:\Peritos\Resultados Instrumentales\Patrones FID y MS para verificación RAS\GC-FID LICORES.

7.7.9 Elimine de las bandejas del autosampler del instrumento, las muestras que se han analizado y cuyos informes se han procesado (ver punto 11, para el descarte final de estas muestras).

7.8 Elaboración de informes de análisis y disposición de los resultados obtenidos a partir de la metodología de detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol

7.8.1 Genere el informe de Índice de Retención (IR), antes de generar los informes de resultados de cada caso bajo análisis para firmarlos y entregar al perito. Para cada analito analizado con la metodología de detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos, verifique que se cumplen con los criterios generales establecidos en el apartado 8, entrada 8.1 del Cuadro. Además, para el caso del metanol, el etanol y el etilenglicol, que se cumplen los criterios establecidos en las entradas 8.2, 8.3 y 8.4 respectivamente.

7.8.2 Repita los puntos 7.9.2, a 7.9.9.

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados Cuantitativos y Cualitativos:

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

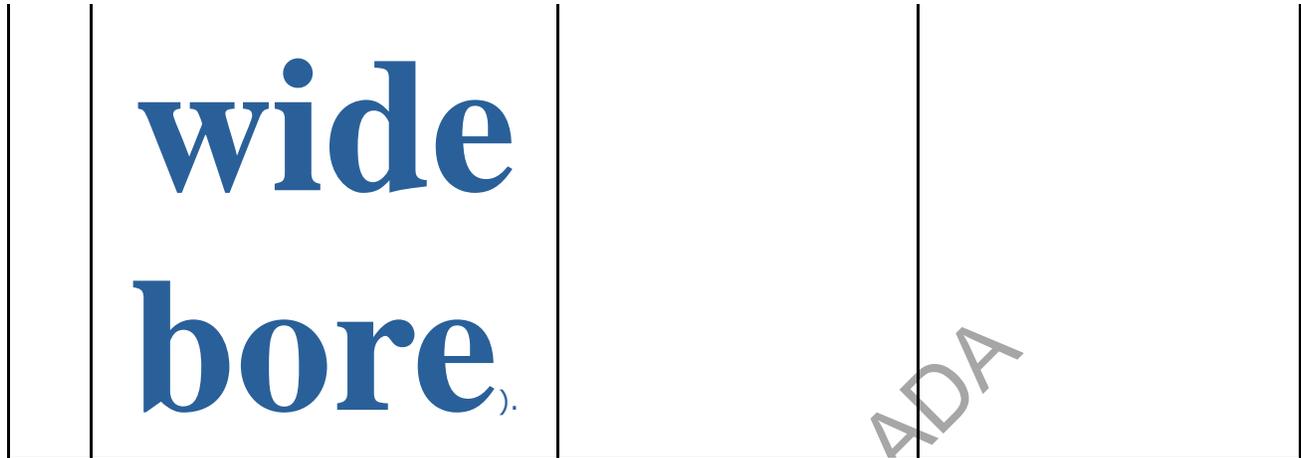
P-DCF-ECT-QUI-71

No.	Criterio de Aceptación	Valor Límite	Corrección Aplicable
8.1	<p>Para entregar resultados de los GC/FID (carpeta en unidad Z):</p> <p>a) Al menos un patrón mix de metanol, etanol, 1-propanol (ISTD) y etilenglicol debe de ser inyectado al inicio y al final de la secuencia y cumplir con lo indicado en 8.2.</p> <p>b) El blanco antes de cada muestra debe dar negativo.</p>	<p>N/A</p> <p>El blanco instrumental antes de cada muestra puede presentar una señal residual con altura de pico menor a 3 veces la amplitud del ruido.</p>	<p>Si el control positivo de la secuencia da negativo, proceda a cambiar el control y repetir la secuencia.</p> <p>Si el blanco de preparación da positivo (altura de pico mayor a 3 veces la amplitud del ruido), proceda a colocar más blancos e inyectar de nuevo la muestra. Si la contaminación persiste proceda a diluir la muestra e inyectar de nuevo la misma.</p>
8.2	<p>Valor del índice de retención para el metanol.</p>	<p>Con base en la concentración de etanol en la muestra seleccione el estándar de comparación (N1, N2 o N3) que mas próximo este a dicha concentración y emplee los valores de IR de este estándar para realizar la comparación de IR.</p>	<p>Se debe repetir la inyección de la muestra cuyo IR no cumpla con el valor límite.</p>
8.3	<p>Valor del índice de retención para el etanol.</p>	<p>Con base en la concentración de etanol en la muestra seleccione</p>	<p>Se debe repetir la inyección de la muestra</p>

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 42 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

		<p>el estándar de comparación (N1, N2 o N3) que mas próximo este a dicha concentración y emplee los valores de IR de este estándar para realizar la comparación de IR.</p>	<p>cuyo IR no cumpla con el valor límite.</p>
8.4	<p>Valor del índice de retención para el etilenglicol (aplica únicamente en la columna</p> <p>Agilent HP PLOT TQ</p>	<p>El índice de retención en el método de detección e identificación específicamente para la columna del frente Agilent HP PLOT Q debe ser 1,110 UR \pm 0,004 UR. El índice de retención en el método de detección e identificación específicamente para la columna trasera debe ser 1,294 UR \pm 0,001 UR. Todos reportados en color negro (Ver Nota No. 7, al pie de este cuadro).</p>	<p>Se debe repetir la inyección de la muestra cuyo IR no cumpla con valor límite.</p>

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 43 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71



Nota No. 9: Se debe hacer uso de la Hoja estandarizada para el cálculo de índices de retención en el análisis cualitativo de licores por GC FID (MEGABORE) H-DCF-ECT-QUI-12-3. Si los valores de IR para el metanol y el etanol difieren de los valores límites comparados contra N1, N2 o N3, según corresponda. En caso de que los valores de IR para el metanol y el etanol difieran de valores límites definidos en el apartado 8 del cuadro de criterios de aceptación o rechazo o de los valores de IR del patrón de secuencia, se debe repetir la inyección.

Nota No. 10: El GC FID 02 es un equipo configurado con dos sistemas de inyección independientes, que son: el sistema de inyección del frente y el sistema de inyección trasero. La metodología de cuantificación de metanol y etanol utiliza únicamente el sistema de inyección del frente, el cual requiere el uso de una columna cromatográfica Agilent HP PLOT Q 30 m x 320 µm x 20 µm o su equivalente una columna cromatográfica Agilent HP PLOT Q Megabore. Por otro lado, la metodología de detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol al ser dual, utiliza los dos sistemas de inyección, en donde el sistema de inyección del frente requiere el uso de una columna cromatográfica Agilent HP PLOT Q 30 m x 320 µm x 20 µm o su equivalente una columna cromatográfica Agilent HP PLOT Q Megabore y el sistema de inyección trasero requiere el uso de una columna cromatográfica Agilent HP-Wax de 30 m x 0.25 µm x 0.25 mm. En este sentido, es de suma importancia respetar siempre dichas configuraciones y por ningún motivo invertir las posiciones de las columnas.

9. Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

9.1 Para el cálculo y evaluación de la incertidumbre de la cuantificación de metanol y etanol por GC-FID, proceda a utilizar según se requiera, las hojas de cálculo validadas:

H-DCF-ECT-QUI-09 Cn MeOH EtOH-CON DILUCION V1

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 44 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

Nota No. 11: El volumen de aforo que se debe emplear en la hoja de calculo corresponde al volumen de agua agregado. Es decir no es el volumen total de la dilución, sino solo el volumen de agua con que se diluyó la alicuota de la muestra.

H-DCF-ECT-QUI-11 Cn MeOH EtOH-SIN DILUCION V1

10. Reporte de Análisis y Resultados:

10.1 Para cada número de caso, se crea un archivo con los cromatogramas correspondientes en formato PDF, pero que no exceda un máximo de 9 cromatogramas juntos (limitado por el máximo permitido de memoria en el SADCF para incorporación de documentos). Además, se genera un resumen de secuencia con los IR del metanol, el etanol, el 1-propanol (ISTD) y el etilenglicol.

10.2 Reporte los resultados en el Dictamen Pericial como se indica en los "Resultados Predefinidos" incluidos en el grupo de análisis asociado al objeto desde el módulo de Datos y Resultados del SADCF.

10.3 Las redacciones que no se contemplan en los puntos anteriores, debe de revisarse los comunicados de sección o proponer redacciones alternativas a la persona funcionaria Líder Técnico o Jefatura de Sección para su aprobación.

11. Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

Es obligatoria la utilización de gabacha, guantes y lentes de seguridad durante los procesos de preparación de patrones y muestras, elaboración y montaje de secuencias y reprocesos de datos y resultados. El uso de gabacha, guantes y lentes de seguridad aplica para el trabajo en el laboratorio de la unidad de drogas en el DCF.

Por norma de seguridad del ambiente de laboratorio y del ambiente del cuarto de instrumentos, se recomienda que las muestras instrumentales solamente se almacenen por hasta 48 hrs, a partir del día inmediato al que fueron inyectadas en el GC FID 02 (salvo casos justificados por un perito en particular y con el conocimiento de la jefatura o del líder técnico). Por lo tanto, también se recomienda que las muestras en los viales que ya cumplieron este plazo, se descarten semanalmente.

12. Simbología:

GC FID 02: Cromatógrafo de Gases con Detector de Ionización de Llama.

IR: Índice de retención.

N/A: No aplica.

P-DCF-GCG-JEF-001-R3, Versión 01

Emitido y Aprobado por Unidad de Gestión de Calidad

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 45 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcolimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

PDF: formato de almacenamiento para documentos digitales (Formato de Documento Portátil, PDF o pdf, por sus siglas en inglés).

SADCF: Sistema Automatizado del Departamento de Ciencias Forenses.

13. Terminología:

Intervalo de confianza:	Intervalo dentro del cual se puede suponer de manera razonable, que se encuentra el valor verdadero, suponiendo además que no existen errores sistemáticos.
Porcentaje Proof:	Constituyen aproximadamente el doble de los grados GL o del % v/v. Por ejemplo, 100 mL de brandy con 100 % proof, son equivalentes a 50° GL.
Presentación de botellas:	Volumen del envase en que se encuentra contenida la bebida alcohólica. Comúnmente se comercializan, en su mayoría, en envases con capacidad para 365, 750 y 1000 mL.

COPIA NO CONTROLADA

14. Anexos

1	Sistema de condiciones instrumentales para la cuantificación de metanol y etanol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID bajo el método LicoresVAL1.0CUANTITATIVO.M.
---	---

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 46 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcohometría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

2	Sistema de condiciones instrumentales para la cuantificación de metanol y etanol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID bajo el método LicoresVAL1.0CUANTITATIVO.MEGABORE.M.
3	Sistema de condiciones instrumentales para la detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID en la columna del frente.
4	Sistema de condiciones instrumentales para la detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID en la columna trasera.
5	Cromatograma para una disolución mixta en metanol 0.06 % v/v, etanol 24 % v/v, 1-propanol como estándar interno (ISTD) 0.06 % v/v y etilenglicol 0.12 % v/v corrido bajo la metodología de cuantificación de alcoholes.
6	Cromatograma para una disolución mixta en metanol 0.08 % v/v, etanol 34 % v/v, 1-propanol como estándar interno (ISTD) 0.08 % v/v y etilenglicol 0.14 % v/v, corrido bajo la metodología de detección e identificación de alcoholes.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 47 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

Anexo 1.

Sistema de condiciones instrumentales para la cuantificación de metanol y etanol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID bajo el método

LicoresVAL1.0CUANTITATIVO.M

Sistema instrumental		Condiciones cromatográficas
Inyector	Temperatura (° C)	250
	Presión (psi)	16.5
	Split	25.5: 1
	Flujo de split (mL/min)	89.2
	Flujo total (mL/min)	92.8
	Tipo de gas Volumen de inyección (µL)	H ₂ 1
Horno	Temperatura inicial	140 ° C (3 min)
	Rampa de temperatura	40° C/min a 270 ° C (3 min)
	Tiempo de análisis (min)	9
Columna	Flujo inicial	3.5 mL/min (0 min)
	Gradiente de flujo	0.6 mL/min a 10 mL/min (9 min)
	Presión (psi)	16.5
	Velocidad promedio (cm/s)	80.6
	Agilent HP PLOT Q	30 m x 320 µm x 20 µm
	Posición	Sistema de inyección del frente
	Gas de arrastre	H ₂
Detector FID	Temperatura (° C)	250
	Flujo de H ₂ (mL/min)	35
	Flujo de aire (mL/min)	350
	Flujo makeup (N ₂) (mL/min)	5

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 48 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

Anexo 2.

Sistema de condiciones instrumentales para la cuantificación de metanol y etanol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID bajo el método LicoresVAL1.0CUANTITATIVOMEGABORE.M

Sistema instrumental		Condiciones cromatográficas
Inyector	Temperatura (° C)	250
	Presión (psi)	7.6
	Split	25.5: 1
	Flujo de split (mL/min)	204
	Flujo total (mL/min)	212
	Tipo de gas Volumen de inyección (µL)	H ₂ 1
Horno	Temperatura	160 ° C (3.5 min)
	Post run	245° C (3.5 min)
	Tiempo de análisis (min)	7
Columna	Flujo inicial	8.5 mL/min (0 min)
	Gradiente de flujo	0.9 mL/min a 13 mL/min (3.5 min)
	Presión (psi)	7.6
	Velocidad promedio (cm/s)	95.48
	Agilent HP PLOT Q MEGABORE	30 m x 530 µm x 40 µm
	Posición	Sistema de inyección del frente
	Gas de arrastre	H ₂
Detector FID	Temperatura (° C)	250
	Flujo de H ₂ (mL/min)	35
	Flujo de aire (mL/min)	350

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 49 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

Flujo makeup (N ₂) (mL/min)	5
---	---

Anexo 3.

Sistema de condiciones instrumentales para la detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID en la columna del frente.

Sistema instrumental		Condiciones cromatográficas
Inyector	Temperatura (° C)	250
	Presión (psi)	15.5
	Split	25.5: 1
	Flujo de split (mL/min)	127.5
	Flujo total (mL/min)	132.5
	Tipo de gas Volumen de inyección (µL)	H ₂ 0.5
Horno	Temperatura inicial	45 ° C (8 min)
	Rampa de temperatura	25° C/min a 250 ° C (1 min)
	Tiempo de análisis (min)	17.2
Columna	Flujo inicial	5 mL/min (0 min)
	Gradiente de flujo	0.6 mL/min a 10 mL/min (0 min)
	Presión (psi)	15.5
	Velocidad promedio (cm/s)	90.9
	Agilent HP PLOT Q	30 m x 320 µm x 20 µm
	Posición	Sistema de inyección del frente
	Gas de arrastre	H ₂
Detector FID	Temperatura (° C)	250
	Flujo de H ₂ (mL/min)	35

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 50 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

	Flujo de aire (mL/min)	350
	Flujo makeup (N ₂) (mL/min)	5

Anexo 4.

Sistema de condiciones instrumentales para la detección e identificación de metanol, etanol y etilenglicol en bebidas alcohólicas destiladas y fermentos por GC-FID en la columna trasera.

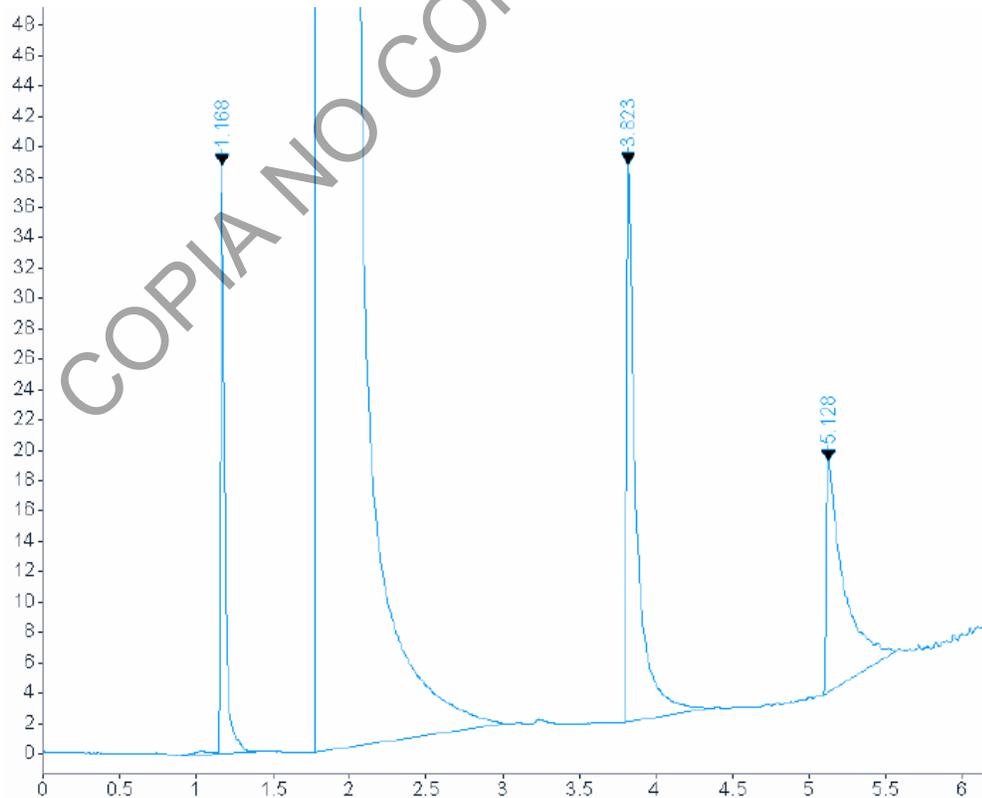
Sistema instrumental		Condiciones cromatográficas
Inyector	Temperatura (° C)	250
	Presión (psi)	4
	Split	25.5: 1
	Flujo de split (mL/min)	7.65
	Flujo total (mL/min)	7.95
	Tipo de gas Volumen de inyección (µL)	N ₂ 0.5
Horno	Temperatura inicial	45 ° C (8 min)
	Rampa de temperatura	25° C/min a 250 ° C (1 min)
	Tiempo de análisis (min)	17.2
Columna	Flujo inicial	0.3 mL/min (8 min)
	Gradiente de flujo	0.5 mL/min a 2 mL/min (0 min)
	Presión (psi)	4
	Velocidad promedio (cm/s)	9.558
	Agilent HP-Wax	30 m x 0.25 µm x 0.25 mm
	Posición	Sistema de inyección trasero
	Gas de arrastre	N ₂

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 04	PAGINA: 51 de 56
Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcohometría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos		P-DCF-ECT-QUI-71

Detector FID	Temperatura (° C)	250
	Flujo de H ₂ (mL/min)	35
	Flujo de aire (mL/min)	350
	Flujo makeup (N ₂) (mL/min)	5

Anexo 5.

Cromatograma para una disolución mixta en metanol 0.06 % v/v, etanol 24 % v/v, 1-propanol como estándar interno (ISTD) 0.06 % v/v y etilenglicol 0.12 % v/v, corrido bajo la metodología de cuantificación de alcoholes. El pico cromatográfico número 1 corresponde al metanol, el número 2 al etanol, el número 3 al 1- propanol (ISTD) y el número 4 al etilenglicol.



Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

Anexo 6.

Cromatograma para una disolución mixta en

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

metanol 0.08 %

v/v, etanol

34 % v/v, 1-

propanol como

estándar

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

interno (ISTD)

0.08 % v/v y

etilenglicol

0.14 % v/v,

corrido bajo

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholimetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos

P-DCF-ECT-QUI-71

la metodología de detección e identificación de alcoholes.

Procedimiento para Cuantificar y Detectar Simultáneamente Metanol, Etanol y Etilenglicol por GC-FID y Cuantificación de Etanol por Alcoholumetría en Bebidas Alcohólicas Destiladas Y Fermentos**P-DCF-ECT-QUI-71**