

	DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA	PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO
	Determinación de Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064
VERSION: 03	Rige desde: 03/08/2021	PAGINA: 1 de 13

Elaborado o modificado por: M Sc Manuel Oreamuno Zepeda Perito Judicial 2 Bach. Beatriz Guerrero Gamboa Técnica Especializada 6	Revisado por Líder Técnico: M Sc. Jorge Cartín Elizondo Líder Técnico, Unidad Sustancias Tóxicas y Varios
Visto Bueno Encargado de Calidad: Licda. Ginnette Amador Godoy Encargada a.i. de Calidad, Sección de Química Analítica	Aprobado por: Licda. Patricia Fallas Meléndez Jefatura, Sección de Química Analítica

CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
01	15/01/2018	15/11/2018	Versión Inicial del Procedimiento	01-18	PFM
02	15/11/2018	03/08/2021	Inclusión de mejoras luego de atender el estudio interlaboratorio de 2018	14-18	PFM
03	03/08/2021		Se actualiza lo correspondiente al Procedimiento de Gestión de Casos de QTV, se incorpora estándar interno, y mejoras incorporadas en el adendum al informe de validación	13-21	PFM

**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 03	PAGINA: 2 de 13
Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064	

1 Objetivo:

Determinación cualitativa de 1-(N-metilamino)antraquinona (MAAQ) en muestras como billetes de banco y materiales textiles impregnados.

2 Alcance:

Los paquetes explosivos de seguridad bancaria más comunes contienen 1-(N-metilamino)antraquinona, en adelante MAAQ y algunas veces pequeñas cantidades del compuesto lacrimógeno *o*-clorobenzilidenomalononitrilo, conocido como gas CS.

La determinación de gas CS debe seguir el Procedimiento para la Determinación cualitativa de sustancias tóxicas e irritantes por QuEChERS/-GC/MSD en muestras diversas P-DCF-ECT-QUI-053.

Este procedimiento describe la metodología a seguir para la extracción y caracterización química de MAAQ en indicios como billetes de banco y materiales textiles con manchas de tono rojo, rojo-naranja o rosado por SPE-GC/MSD. Adicionalmente se describe la caracterización alternativa de MAAQ en sólidos rojos por FTIR-ATR.

La metodología se encuentra validada para la determinación cualitativa de MAAQ en tela de algodón; pero se puede aplicar a otros sustratos, cuyo tratamiento se describe en este procedimiento.

3 Referencias:

3.1 Informe de validación, Determinación cualitativa de N-(metilamino)antraquinona en tela de punto de algodón dopada, por SPE-GC/MSD y Determinación cualitativa de N-(metilamino)antraquinona por FTIR-ATR, 008-QUI-VAL-(2)-2017

3.2 Adendum al Informe de Validación 008-QUI-VAL-(2)-2017, Determinación cualitativa de N-(metilamino)antraquinona en tela de punto de algodón dopada, por SPE-GC/MSD y Determinación cualitativa de N-(metilamino)antraquinona por FTIR-ATR, 019-QUI-VAL-2021

4 Equipos y Materiales:

4.1 Equipo instrumental:

- Balanza analítica (rango de 0,0001 g a 200 g; menor división 0,0001 g) o similar
- Balanza granataria (rango de 0,01 g a 500 g; menor división 0,01 g) o similar
- Centrifuga para tubos
- [Cromatógrafo de gases con detector de masas agilent 7890A, o similar](#)
- Equipo de extracción de fase sólida supelco su57250-u o similar
- Espectrómetro ftir-atr nicoleet is5 o similar
- Evaporador / concentrador de nitrógeno o similar
- Vortex estándar con regulador de la intensidad de agitación o similar

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 3 de 13
Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064	

4.2 Materiales y Cristalería:

- [Clips metálicos nuevos](#)
- Cotonetes (torundas) de algodón
- Espátulas de acero inoxidable
- Filtros de membrana de nylon de 0,45 µm x 3 mm o similar
- [Formulario de sección "Evaluación de secuencia por GC/MSD" código P-DCF-ECT-QUI-034-R1](#)
- [Formulario de sección "hoja de control por GC/MSD" código P-DCF-ECT-QUI-034-R3](#)
- [Formulario de sección "hoja de control por FTIR-ATR y RAMAN" código P-DCF-ECT-QUI-034-R4](#)
- [Formulario de sección "Evaluación de resultados por FTIR-ATR y RAMAN" código P-DCF-ECT-QUI-034-R2](#)
- Guantes descartables de nitrilo o similar.
- Lámpara de luz ultravioleta de onda corta y larga
- Pinzas de acero inoxidable
- Pipetas automáticas de 20 µl a 200 µl, de 100 a 1000 µl, de 1 a 5 ml o similar
- Tijeras de metal para tela
- Tubos de extracción de pp, cónicos de 50 ml con tapa rosca o similar
- Tubos de extracción, de vidrio fondo redondo, de 5 ml con tapa rosca o similar
- Tubos preempacados para spe, clean screen® de 10 ml de capacidad y soporte de 200 mg tipo csdau ácido octilbencilsulfónico, zcdau020, desechables
- Viales de 1,5 ml para el automuestreador del cromatógrafo
- [Viales de 4,0 ml ámbar](#)

5 Reactivos y Materiales de Referencia:

5.1 Reactivos:

- Acetona grado reactivo
- Acetato de etilo, grado cromatográfico
- Acido fosfórico concentrado, grado reactivo
- Agua destilada
- Buffer 100 mm de fosfato, ph 6 (ver Anexo 1).
- Disolución de H_3PO_4 3m (ver Anexo 1)
- Disolución de naoh 3m (ver Anexo 1)
- Fosfato dibásico de sodio (Na_2HPO_4), grado reactivo.
- Fosfato monobásico de sodio (NaH_2PO_4), grado reactivo.
- Hexano, grado cromatográfico
- Hidróxido de sodio en pellets, grado reactivo
- Metanol, grado cromatográfico
- [Tolueno, grado cromatográfico](#)

5.2 Materiales de referencia:

- [Material de referencia de 1-amino,2-metilantraquinona \(AMAO\)](#)
- Material de referencia de 1-(N-metilamino)antraquinona (MAAQ)
- [Material de referencia de tetrafeniletileno \(TFE\)](#)
- [disolución madre de AMAQ en acetato de etilo, 2,00 mg/mL \(Ver preparación en Anexo 01\)](#)
- Disolución madre de MAAQ en acetato de etilo, 1,00 mg/ml en acetato de etilo (Ver preparación en anexo 01)

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 4 de 13
Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064	

- Disolución madre de TFE en tolueno, 2,00 mg/mL (Ver preparación en Anexo 01)
- Disolución intermedia de trabajo de AMAQ en acetato de etilo 0,100 mg/mL en acetato de etilo (Ver preparación en Anexo 01)
- Disolución intermedia de TFE en acetato de etilo 0,150 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Material textil de algodón color blanco o similar

6 Condiciones Ambientales:

Ver Procedimiento de Gestión de Casos de QTV, apartado 6.

7 Procedimiento:

Nota N° 1: Debe tener cuidado al manipular el material de referencia de MAAQ, los controles y los indicios para evitar la contaminación cruzada entre ellos, pues la MAAQ es un tinte con mucho poder de adherencia y transferencia. Es imprescindible el descarte de guantes desechables y además del lavado con acetona de espátulas, pinzas y tijeras entre la manipulación de las muestras.

7.1 Determinación de MAAQ por FTIR-ATR:

Nota N° 2: La determinación por FTIR-ATR aplica únicamente en sólidos en polvo de tono rojo directos o extractos que los generen, por ejemplo un extracto en acetato de etilo de una prenda muy impregnada.

7.1.1 Mida el sólido en polvo de la muestra cuestionada o el extracto en acetato de etilo (Ver Nota N° 7) y el material de referencia en el FTIR-ATR como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de QTV, apartado 7.10.

7.1.2 Obtenga para cada espectro, con el software del equipo, el valor de número de onda para las bandas de absorción más cercanas a los valores: 3298 cm^{-1} ; 1668 cm^{-1} ; 1505 cm^{-1} ; 1179 cm^{-1} y 985 cm^{-1} .

7.1.3 Evalúe los resultados con el Formulario Evaluación de Resultados por FTIR-ATR y RAMAN e incorpore al legajo del caso.

7.1.4 Incorpore en el legajo del SADCF para cada caso el documento pdf fusionado, por ejemplo "FTIR-ATR" que incluye el espectro de la muestra cuestionada y el espectro del material de referencia, cada uno con la indicación de los valores de los picos de absorción.

7.1.5 Registre los resultados en el SADCF, en el grupo de análisis respectivo de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

7.2 Determinación de MAAQ por SPE-GC/MSD:

7.2.1 Controles y materiales de referencia mínimos:

7.2.1.1 Realice la preparación de **blancos de reactivos** preferiblemente uno por cada grupo de tres preparaciones de muestras, que incluya un trozo de tela de algodón de 3 cm x 3 cm.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 5 de 13
Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064	

7.2.1.2 Realice la preparación de **un control positivo de extracción** de MAAQ que incluya un trozo de tela de algodón de 3 cm x 3 cm dopado con 200,0 µL de la disolución intermedia de trabajo de MAAQ equivalente a 20,0 µg de analito.

7.2.1.3 Incluya adicionalmente, de ser posible, **como control adicional**, una porción del sustrato cuestionado que no presente manchas (puede ser un trozo del material textil cuestionado o un frotis de una zona sin manchas, levantado de forma similar a la parte de la muestra cuestionada con manchas). Al no presentar manchas, este control adicional debería dar negativo.

7.2.1.4 Trate los controles negativos y positivos de la misma forma que las muestras cuestionadas.

7.2.1.5 Coloque cada control en tubos de extracción de PP de 50 mL.

7.2.1.6 Prepare como niveles de calibración instrumentales para la evaluación del equipo al menos un nivel bajo (nivel 3) y un nivel alto (nivel 8) ó tres niveles de calibración (niveles 3, 5, y 8), utilizando el Formulario "Evaluación de secuencia por GC/MSD".

7.2.2 Ubicación de las manchas en las muestras cuestionadas y extracción inicial:

7.2.2.1 Examine visualmente las muestras cuestionadas por alguna mancha de tono rojo, rojo-naranja o rosado.

7.2.2.2 Examine las muestras cuestionadas, principalmente para materiales de color oscuro que no permiten la visualización de manchas, utilizando luz ultravioleta de onda corta y larga para una mejor ubicación de las manchas.

7.2.2.3 Para materiales textiles: Realice la selección de muestra como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de QTV, apartado 7.9.2. Recorte de cada zona seleccionada un trozo de 1 cm² a 3 cm² que incluyan las manchas de interés y coloque en tubos de extracción de PP de 50 mL.

7.2.2.4 Para billetes de banco: Tome con pinzas limpias cada billete, enróllelo formando un canuto, sujételo con un par de clips limpios y colóquelo entero directamente dentro de un tubo de extracción de PP de 50 mL.

Nota N° 3: No recorte el billete pues es un artículo de valor y debe ser devuelto a la Autoridad Judicial, posterior al análisis.

Nota N° 4: En caso de recibirse un indicio compuesto por una cantidad grande de billetes de una misma denominación se puede realizar un muestreo de las unidades, empleando una selección de muestra de los billetes que presenten manchas o de éstos los que presenten mayor cantidad de manchas.

7.2.2.5 Para soportes no trozables (por ejemplo un bolso de cuero): Realice la selección de muestra para las manchas ubicadas como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de QTV, apartado 7.9.2. Frote un cotonete de algodón humedecido con acetato de etilo cada zona con manchas seleccionada. Coloque cada cotonete dentro de un tubo de extracción de PP de 50 mL. Otra opción es con la ayuda de una hoja de bisturí raspar la superficie recolectando el raspado en un tubo de extracción de 50 mL.

Nota N° 5: Si no se transfiere color al cotonete no es requerido realizar pruebas adicionales.

7.2.2.6 Para sólidos en polvo de tono rojo: Pese aprox. 10 mg del sólido en polvo en un beaker y agregue aproximadamente 5 mL de acetato de etilo. Agite al menos unos 10 min. Tome al menos 50 µL de la disolución anterior en un tubo de extracción de 50 mL.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 6 de 13
Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064	

7.2.3 Preparación de los extractos en acetato de etilo para la extracción en serie por SPE:

7.2.3.1 Agregue a cada tubo de extracción de 50 mL con muestras cuestionadas y controles aprox. 5 mL de acetato de etilo, tape y agite fuertemente por al menos 10 min en el vortex.

Nota N° 6: La disolución del control positivo de extracción debe tornarse de un tono rojo a rosado. La intensidad del color en el control positivo es un indicativo cualitativo de referencia para valorar si el extracto de una muestra cuestionada está muy concentrado o muy diluido. La ausencia de una tonalidad roja a rosada en una muestra cuestionada puede ser indicativo de la ausencia de MAAQ o que no se ha tomado suficiente muestra cuestionada.

Nota N° 7: Una disolución muy coloreada, se puede concentrar en el evaporador de nitrógeno y el sólido rojo resultante se puede analizar por FTIR-ATR como se indica en 7.1.

7.2.3.2 Compare la tonalidad del control positivo con cada muestra cuestionada.

- a) Si la muestra cuestionada está muy concentrada diluya o continúe con una alícuota.
- b) Si la muestra cuestionada está muy diluida o ausente de coloración tome más soporte con machas, de ser posible. Si la ausencia del color persiste no es requerido realizar pruebas adicionales.

Nota N° 8: A partir de este paso se debe tener las preparaciones en tubos cónicos de 50 mL del control positivo y las preparaciones iniciales de las muestras cuestionadas de una tonalidad uniforme. Además del blanco de reactivos y de el o los controles adicionales (estos últimos cuando es posible).

7.2.3.3 Centrifugue a 3000 rpm por aprox. 5 min, de observarse turbio el extracto y descarte el sedimento.

7.2.3.4 Evapore a sequedad en el evaporador de N₂ con el baño a aprox. 40 °C y un flujo < 1,2 mL/min.

7.2.3.5 Reconstituya el residuo seco con aprox. 1 mL de hexano.

7.2.3.6 Tape cada tubo de extracción y vortéricelo al menos 2 min.

7.2.3.7 Centrifugue a 3000 rpm por aprox. 5 min, de observarse turbio el extracto y descarte el sedimento.

7.2.3.8 Reserve la fase soluble en hexano para su limpieza por SPE.

7.2.4 Extracción en Fase Sólida:

7.2.4.1 Acondicione el tubo de fase sólida con la siguiente secuencia de disolventes, aspirando en cada etapa a menos de 3" de Hg:

- a) 2 porciones de aprox. 3 mL de acetato de etilo
- b) 2 porciones de aprox. 3 mL de metanol,
- c) 2 porciones de aprox. 3 mL de agua destilada y
- d) aprox. 2 mL de buffer de fosfato pH 6

7.2.4.2 Cierre las válvulas de la tapa del sistema de SPE.

7.2.4.3 Agregue cada extracto de hexano en el respectivo tubo de SPE preacondicionado.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 7 de 13
Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064	

7.2.4.4 Abra cada una de las válvulas y aspire a menos de 3" de Hg.

7.2.4.5 Lave cada tubo de SPE con la siguiente secuencia de disolventes, aspirando en cada etapa a menos de 3" de Hg:

- a) aprox. 3 mL de agua destilada y
- b) aprox. 3 mL de hexano.

7.2.4.6 Seque completamente el soporte del tubo a más de 10" Hg durante 10 min o hasta que se encuentre completamente seco.

Nota N° 07: El secado del soporte de los tubos es fundamental para la elusión de los analitos.

7.2.4.7 Coloque en la jarra de SPE tubos de extracción de 5 mL de fondo redondo.

7.2.4.8 Eluya cada tubo con aprox. 1,0 mL de acetato de etilo a una velocidad de 1 a 2 mL/min (1 a 2 gotas cada 3 segundos).

7.2.4.9 Transfiera 950 uL a tubos de 2 mL de polipropileno o viales transparentes de 2 mL. Agregue 50,0 uL de la disolución intermedia de TFE 0,150 mg/mL en acetato de etilo ó de 1-amino,2-metilntraquinona (AMAO) 0,100 mg/mL. Tape y agite por al menos 30 s.

7.2.5 Determinación por GC/MSD

7.2.5.1 Limpie la jeringa con acetato de etilo.

7.2.5.2 Llene los viales de lavado de la jeringa A (antes de la inyección) con acetato de etilo y los viales de lavado B (después de la inyección) con acetato de etilo.

7.2.5.3 Prepare los blancos instrumentales en viales transparente de 2 mL con acetato de etilo.

7.2.5.4 Prepare la secuencia de inyección como se indica en el Procedimiento de Gestión de caso de QTV.

7.2.5.5 Cargue el método "P-DCF-ECT-QUI-064-MAAQ.m" y verifique las condiciones con lo indicado en el Anexo 2.

7.2.5.6 Ejecute la verificación del equipo como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de QTV.

7.2.5.7 Evalúe los resultados de los controles positivos utilizando el Formulario "Evaluación de Secuencia por GC/MSD" y seguidamente en el Formulario "Hoja de control por GC/SMD". Almacene estos registros en la carpeta: G:\QTV\RESULTADOS INSTRUMENTALES.

7.2.5.8 Evalúe los resultados del blanco de arrastre, cada blanco de reactivos, cada control adicional, cada blanco instrumental antes de cada muestra y cada muestra cuestionada como se indica en el Procedimiento de Gestión de Gestión de Casos de QTV.

7.2.5.9 Registre los resultados en el SADCF, en el grupo de análisis correspondiente de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

7.2.5.10 Incorpore en el legajo del SADCF para cada caso el documento pdf fusionado, por ejemplo "GCMS controles secuencia" que incluye todos los controles positivos y negativos de la secuencia.

Nota N° No. 9: Los controles adicionales de muestra se incorporan junto con las muestras cuestionada en el caso correspondiente.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 8 de 13
Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064	

7.2.5.11 Incorpore en el legajo del SADCF para el caso correspondiente el documento pdf fusionado que incluye al menos el resultado del blanco instrumental antes de la muestra cuestionada, el resultado de la muestra cuestionada y la búsqueda contra las bibliotecas en caso de ser necesario, el blanco instrumental antes del control adicional y el control adicional.

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

8.1 Criterios de identificación por FTIR-ATR:

Ver los criterios de aceptación o rechazo de resultados en el Procedimiento de Gestión de Casos de QTV versión vigente apartado 8 Cuadro XII secciones C.6 y C.7.

8.2 Criterios de identificación por GC/MSD:

Ver los criterios de aceptación o rechazo de resultados en el Procedimiento de Gestión de Casos de QTV versión vigente apartado 8 Cuadro XII secciones C.1 hasta C.5. Adicionalmente, en caso de que no se cumplan los criterios de aceptación de la preparación de una muestra, por ejemplo, por encontrarse ésta muy concentrada, reporte como resultado no concluyente. Seguidamente diluya la preparación para GC/MSD con acetato de etilo. Adicione el estándar interno correspondiente como se indica en 7.2.4.9. Registre la dilución aplicada en el SADCF y repita la determinación por GC/MS (Ver 7.2.5). Si no se cumplen los criterios por encontrarse muy diluida, repita con mayor cantidad de muestra.

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

Este procedimiento no involucra cálculos ni evaluación de incertidumbre.

10 Reporte de Análisis y Resultados:

Los esquemas analíticos que se consideran confirmatorios son los siguientes:

- La combinación de un sólido color rojo (sólido o extracto) con una identificación positiva por FTIR/ATR.
- La combinación de una mancha roja o mancha no visible con una identificación positiva por GC/MSD.

Para el reporte de muestras positivas o negativas siga lo indicado en el Procedimiento de Gestión de Casos de QTV, apartado 10.

Se sugieren la siguiente forma de reportar las conclusiones en el Dictamen Pericial.

Para establecer conclusiones de asociación de clase:

“Las manchas rojas encontradas en (*muestra cuestionada analizada*) pueden haberse originado de un paquete de seguridad bancaria con 1-(N-metilamino)antraquinona”.

Para establecer un descarte:

“Las manchas rojas encontradas en (*muestra cuestionada analizada*) tienen un origen diferente al de un paquete de tinte de seguridad bancaria con 1-(N-metilamino)antraquinona debido a diferencias en sus propiedades físico-químicas.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 9 de 13
Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064	

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

Utilice gabacha y guantes desechables.

Algunos productos de seguridad bancaria con MAAQ pueden contener gas CS, el cual es una sustancia lacrimógena por lo que debe tomarse las precauciones correspondientes para prevenir el contacto con ojos, piel y membranas mucosas.

12 Simbología:

MAAQ: 1-amino-2-metilantraquinona

Aprox.: aproximadamente

FTIR-ATR: espectrometría infrarrojo con portamuestra de reflectancia total atenuada

Gas CS: *o*-clorobenzilidenomalononitrilo

GC/MSD: cromatógrafo gas líquido con detector selectivo de masas

MAAQ: 1-(N-metilamino)antraquinona

SCD: solicitud de cambio documental

SPE: técnica de extracción en fase sólida

TFE: tetrafeniletileno

13 Terminología:

No aplica

14 Anexos:

No. de Anexo	Nombre del Anexo
01	Preparación de reactivos y materiales de referencia
02	Condiciones del método "P-DCF-ECT-QUI-064 MAAQ.m"
03	Espectro FTIR-ATR de MAAQ
04	Cromatograma y espectro de masas de MAAQ

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 10 de 13
Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064	

Anexo No. 1

Preparación de reactivos y materiales de referencia

Preparación de la disolución madre de MAAQ 2,00 mg/mL y disolución madre de AMAQ 2,00 mg/mL:

Prepare cada disolución madre como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de QTV, utilizando acetato de etilo como disolvente.

Almacene en viales sililizados de 4 mL con tapa rosca de baquelita con septa de teflón, en congelación < -18 °C.

El tiempo de preservación de esta disolución madre dependerá de la fecha de vencimiento indicada por el fabricante o hasta por no más de un año.

Preparación de la disolución madre de tetrafeniletileno (TFE) 2,00 mg/mL en tolueno:

Prepare la disolución madre como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de QTV, utilizando tolueno como disolvente.

Almacene en viales sililizados de 4 mL con tapa rosca de baquelita con septa de teflón, en refrigeración 2 °C – 8 °C.

El tiempo de preservación de las disoluciones madre dependerá de la fecha de vencimiento indicada por el fabricante para el material de referencia.

Preparación de la disolución intermedia de MAAQ 50,0 ug/mL, AMAQ 0,100 mg/L y de TFE 0,150 mg/L:

Para la preparación utilice el Formulario "Evaluación de secuencia por GC/MSD", para calcular las alícuotas a tomar de cada disolución madre y el volumen final de la preparación de la disolución intermedia en acetato de etilo. Los niveles de calibración se preparan también en acetato de etilo.

Buffer de fosfatos pH 6: Pese en un beaker, con balanza granataria aprox. 1,70 gramos de Na_2HPO_4 , y aprox. 12,14 gramos de NaH_2PO_4 . Agregue cantidad suficiente de agua destilada para disolver completamente. Lleve a un volumen de aprox. 800 mL con agua destilada y ajustar en pHmetro el pH a 6,0 +/- 0,1 con la disolución respectiva para ajuste de pH. Lleve a un volumen de 1,0 L. Almacenar a aprox. 5°C en una botella de vidrio o plástico con tapa. La estabilidad de esta disolución es de aprox. 1 mes.

Disolución de NaOH 3 M para ajustar el pH del buffer: Mida aprox. 12 g de NaOH 99%, grado reactivo, y coloque en un beaker de 250 mL. Agregue cantidad suficiente de agua destilada para disolver y hasta obtener 100 mL de disolución. Almacene a temperatura ambiente en un recipiente plástico con tapa de 100 mL. Utilice hasta que se consuma.

Disolución de H_3PO_4 3 M para ajustar el pH del buffer: Mida 34,5 mL H_3PO_4 85%, grado reactivo, y coloque en un beaker de 250 mL. Agregue cantidad suficiente de agua destilada para disolver y hasta obtener 100 mL de disolución. Almacene a temperatura ambiente en un recipiente plástico con tapa de 100 mL. Utilice hasta que se consuma.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 11 de 13
Tinte de seguridad bancaria por SPE–GC/MSD y FTIR	P-DCF-ECT-QUI-064	

Anexo No. 2

Condiciones del método "P-DCF-ECT-QUI-064 MAAQ".

Condiciones del inyector

Volumen de inyección 1 µL
 Modo inyección: splitless
 Temperatura del inyector 250 °C
 Flujo total 64 mL/min
 Flujo de purga del septum 3 mL/min
 Ahorrador de gas 16,4 mL/min después de 4 min
 Flujo de purga del split vent 60 mL/ min a los 2 min

Condiciones del horno

Programación de la temperatura: 60°C por 2 min, rampa 35°C/min, hasta 260°C y mantiene 7 min, rampa 40°C por min hasta 300°C y mantiene 2,3 min.
 Tiempo de corrida 18 min
 Temperatura interfase: 280°C

Columna capilar

HP-5MS, 0,25 mm * 30m * 0,25 um
 Modo: rampa de flujo
 Flujo inicial 1 mL/min por 14 min, rampa 1 mL/min por min hasta 1,3 mL/min, se mantiene 3 min.

Condiciones del detector

Tipo de adquisición: SIM & SCAN
 Temperatura del cuadrupolo: 150°C
 Temperatura de la fuente: 280°C
 EM setting: Gain factor
 Gain factor: 1,000

Segmentos de tiempo para programación SCAN

Tiempo (corte disolvente)	Masa de inicio	Masa final	umbral	Velocidad scan (u/s)	Frecuencia (scan/s)	Tiempo de ciclo (ms)	Tamaño de paso m/z
5,00	48,00	480,00	150	1,562 [N=2]	3,3	299,11	0,1

Segmentos de tiempo para programación SIM

Tiempo	Nombre de grupo	Iones	Tiempo dwell total (ms)	Tiempo de ciclo (hz)	Resolución	Factor de ganancia
5,00	1-MAAQ	237,10 (base) 180,10; 220,05; 237,10	400	2,3631	alta	1,0
11,0 *	AMAAQ ó TFE	237,10 (base); 180,10 ó 332,20 (base); 253,15 respectivamente	400	2,3631	alta	1,0

*El tiempo de retención para hacer el cambio de detección en SIM debe ser verificado experimentalmente antes de realizar la secuencia.

Anexo No. 3

Espectro FTIR-ATR de MAAQ.

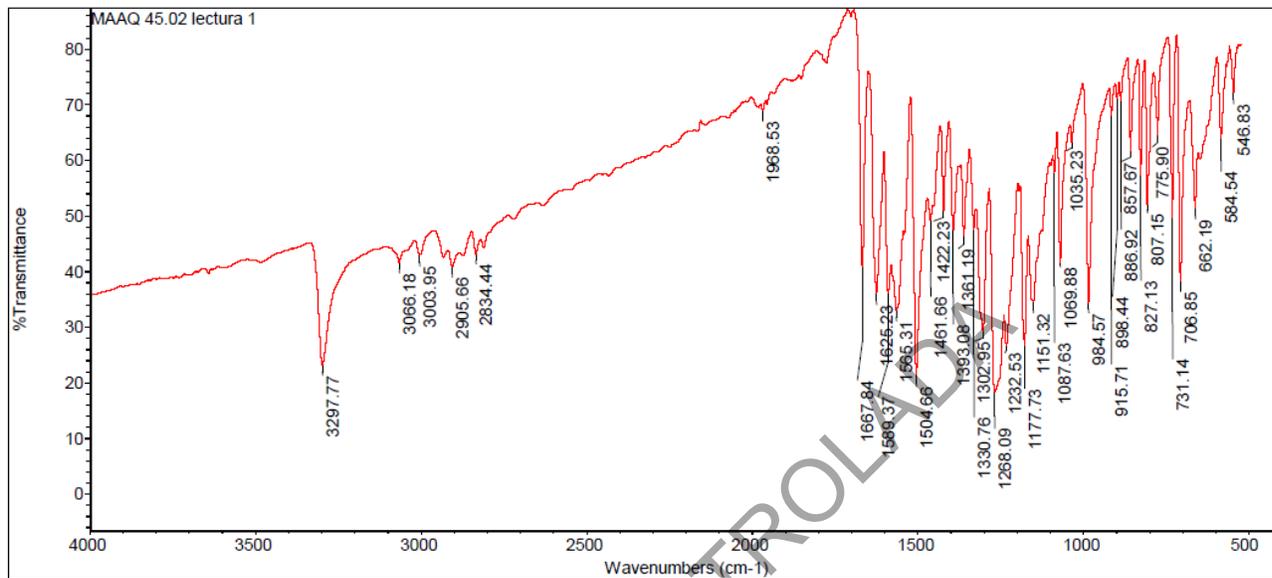


Figura 1: Espectro infrarrojo de MAAQ por ATR con cristal de diamante.

Anexo No. 4

Cromatograma y Espectro de masas de MAAQ.

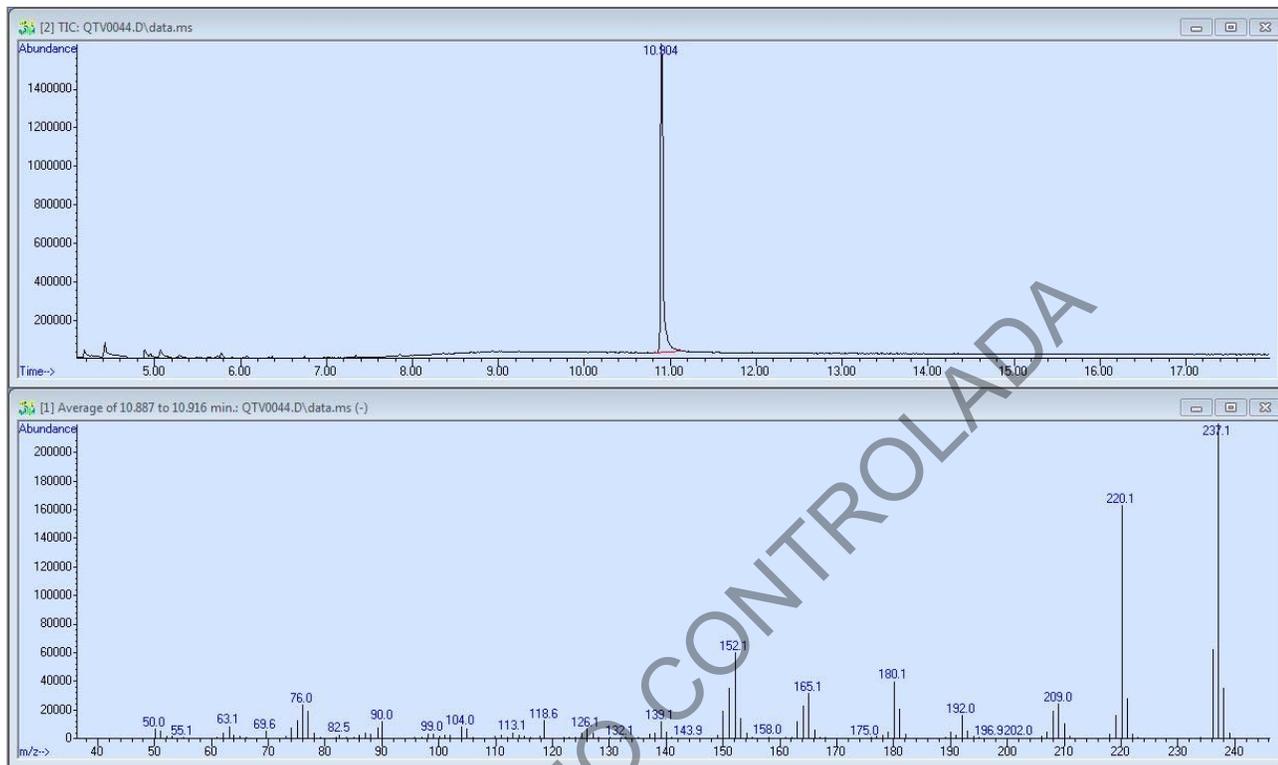


Figura 2: Cromatograma y espectro de masas de MAAQ obtenido siguiendo las condiciones de este procedimiento.