

	DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA	PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO P-DCF-ECT-QUI-051
	Determinación cualitativa de glifosato por FTIR y RAMAN en formulaciones	
VERSIÓN: 02	Rige desde: 15/12/2021	PAGINA: 1 de 5

Elaborado o modificado por: M Sc Manuel Oreamuno Zepeda Perito Judicial 2 Dipl. Susana Alfaro Soto Técnico Especializado 6	Revisado por Líder Técnico: M Sc. Jorge Cartín Elizondo Líder Técnico Unidad QTV de Sección Química Analítica
Visto Bueno Encargado de Calidad: Licda. Ginnette Amador Godoy Encargada de Calidad	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	01/03/2011	15/12/2021	Versión Inicial del Procedimiento		PFM
02	15/12/2021		Se elimina la técnica HPLC/DAD y se incluye en el esquema analítico la técnica RAMAN	15-21	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 02	PAGINA: 2 de 5
Determinación cualitativa de glifosato por FTIR y RAMAN en formulaciones	P-DCF-ECT-QUI-051	

1 Objetivo:

El objetivo de este PON es describir los pasos necesarios para realizar la identificación química de N-(fosfonometil)glicina, mayormente conocido como glifosato y abreviado como GLYP en formulaciones agrícolas líquidas conocidas como TC (material técnico), SL (concentrado soluble) y sólida SG (gránulos solubles en agua).

2 Alcance:

Este procedimiento describe una metodología con un esquema analítico que combina la determinación del espectro FTIR-ATR y el espectro RAMAN para la determinación cualitativa de glifosato en los cristales obtenidos de formulaciones agrícolas tanto sólidas como líquidas. Para la aplicación de esta metodología requiere disponer de al menos 0,50 g de formulación al 36% ó 0,25 g de formulación al 76% o 0,2 g de glifosato grado técnico.

En la validación de la metodología se demostró la especificidad de ésta con AMPA y glufosinato amónico.

3 Referencias:

- Informe de validación para la determinación cualitativa de glifosato en formulaciones por FTIR-ATR , 015-QUI-VAL-2020-A.
- Informe de validación para la determinación cualitativa de glifosato en formulaciones por RAMAN, 015-QUI-VAL-2020-B.
- Procedimiento para la Gestión de Casos de QTV, P-DCF-ECT-QUI-034 versión vigente.

4 Equipos y Materiales:

- Agitador de vórtice estándar con regulador de la intensidad de agitación o similar
- Balanza granataria (rango de 0,01 a 500 g; menor división 0,01 g) o similar
- Centrífuga para tubos de 15 mL de hasta 3000 rcf y temporizador o similar
- Espectrómetro FTIR-ATR Nicolet iS5 con accesorio iD7 ATR que permita leer entre 4000 cm^{-1} y 525 cm^{-1} o similar
- Espectrofotómetro RAMAN Metrohm Mira M-3 que permita leer entre 400 cm^{-1} y 2300 cm^{-1} o similar
- Formulario de Sección "Evaluación de Resultados por FTIR-ATR y RAMAN"
- Tubos cónicos de extracción de polipropileno, de 15 mL
- Viales de vidrio V1526C-FM, 15 x 26 W/13-425 o equivalente

5 Reactivos y Materiales de Referencia:

- Ácido clorhídrico concentrado, grado reactivo
- Agua desionizada o destilada
- Etanol, grado reactivo o superior
- Material de referencia de glifosato, grado estándar analítico

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 3 de 5
Determinación cualitativa de glifosato por FTIR y RAMAN en formulaciones	P-DCF-ECT-QUI-051	

6 Condiciones Ambientales:

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.

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

Además, Ver PON de Gestión de casos de QTV en el apartado 6 párrafo 1 e informes de validación.

7 Procedimiento:

7.1 Inducción de la cristalización:

7.1.1 Agregue en un tubo de extracción de 15 mL el equivalente de material cuestionado a 0,2 g a 0,4 g de glifosato.

Nota No. 1: La cantidad anterior de glifosato se encuentra en 0,25 g a 0,50 g de formulación sólida al 76%; 0,50 g a 1,0 g de formulación líquida al 36% o 0,2 g a 0,4 g de glifosato grado técnico.

7.1.2 Agregue, únicamente para los materiales sólidos cuestionados aproximadamente 0,5 mL de agua desionizada.

7.1.3 Agregue, para todas las preparaciones, gota a gota aproximadamente 0,5 mL de HCl concentrado y agite por al menos 2 min.

7.1.4 Agregue, para todas las preparaciones, aproximadamente 1,0 mL de etanol y agite por no menos de 2 min. Seguidamente centrifugue a 3000 rpm por 5 min.

Nota No. 2: Si no se obtiene cristales, proceda a repetir la preparación, en caso de no obtener cristales no continúe y reporte como un resultado negativo.

7.1.5 Descarte el líquido sobrenadante y agregue, para todas las preparaciones, aproximadamente 1,0 mL de etanol y agite por no menos de 2 min. Seguidamente centrifugue a 3000 rpm por 5 min.

7.1.6 Realice al menos dos lavados a los cristales, cada uno con aproximadamente 1 mL de etanol. Permita que el etanol se evapore.

7.2 Medición del espectro infrarrojo:

7.2.1 Mida el espectro infrarrojo de los cristales obtenidos para cada muestra cuestionada como se establece en el PON de Gestión de casos de QTV (apartado 7.10).

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 4 de 5
Determinación cualitativa de glifosato por FTIR y RAMAN en formulaciones	P-DCF-ECT-QUI-051	

7.2.2 Obtenga con el software del equipo los valores de número de onda para las bandas más cercanas a las que se indican en el Cuadro I.

7.3 Medición del espectro Raman:

7.3.1 Mida el espectro Raman de los cristales obtenidos para cada muestra cuestionada como se establece en el PON de Gestión de casos de QTV (apartado 7.10).

7.3.2 Obtenga con el software del equipo los valores de número de onda para las bandas más cercanas a las que se indican en el Cuadro I.

Cuadro I: Bandas específicas para la determinación cualitativa de glifosato.

	Bandas de absorción específicas para glifosato en FTIR-ATR	Bandas de dispersión específicas para glifosato en Raman
Bandas específicas	1334 cm ⁻¹ 1268 cm ⁻¹ 1030 cm ⁻¹ 910 cm ⁻¹ 646 cm ⁻¹ 578 cm ⁻¹	456 cm ⁻¹ 773 cm ⁻¹ 863 cm ⁻¹ 920 cm ⁻¹ 1036 cm ⁻¹ 1428 cm ⁻¹

7.4 Registro y evaluación de resultados:

7.4.1 Registre los resultados en el SADCF, en el grupo de análisis "QTV – glifosato". Firme e incorpore los resultados en el legajo del caso que incluya el espectro de la muestra cuestionada y del material de referencia, cada uno con la indicación de picos de las bandas características.

7.4.2 Registre las bandas obtenidas específicas tanto en FTIR como en Raman, cada una en el Formulario de Sección "Evaluación de Resultados por FTIR-ATR y Raman", firme e incorpore en el legajo del caso.

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

8.1 El esquema analítico para la identificación del glifosato en una muestra cuestionada requiere contar con la identificación de los cristales por las dos técnicas: FTIR-ATR y Raman.

8.2 Evalúe los resultados obtenidos como se establece en el PON de Gestión de casos de QTV en el apartado 8.

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

Este procedimiento no involucra cálculos ni evaluación de incertidumbre.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 02	PAGINA: 5 de 5
Determinación cualitativa de glifosato por FTIR y RAMAN en formulaciones	P-DCF-ECT-QUI-051	

10 Reporte de Análisis y Resultados:

Siga lo indicado en el PON de Gestión de casos de QTV apartado 10 para una identificación positiva y para una identificación negativa.

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

Siga lo indicado en el PON de Gestión de casos de QTV versión vigente apartado 11.

12 Simbología:

- Conc.: concentrado
- FTIR-ATR: se refiere a la técnica de espectrometría de absorción de radiación infrarroja con transformada de fourier acoplada a un dispositivo de lectura de la muestra con tecnología de reflectancia total atenuada y al equipo instrumental de esta tecnología.
- GLYP: N-fosfonometilglicina, conocido como glifosato.
- PON: procedimiento de operación normado
- QTV: Unidad de Sustancias Tóxicas y Varios.
- Raman: se refiere a la técnica de espectrofometría de dispersión inelástica de radiación y al equipo instrumental de esta tecnología.
- SCD: Solicitud de cambio documental
- SL: concentrado soluble
- TC: materail grado técnico

13 Terminología:

Este procedimiento no incluye terminología que requiera ser definida en este apartado.

14 Anexos:

Este procedimiento no incluye anexos.