Elaborado o modificado por:	**Visto Bueno Encargado de Calidad:**
Manuel Oreamuno Zepeda, M Sc **Perito Judicial 2** **Dipl. Susana Alfaro Soto** **Técnico Especializado 6**	**Jorge Cartín Elizondo, M Sc** **Encargado de Calidad Sección de Sustancias Controladas** **Revisado por Líder Técnico:** **Jorge Cartín Elizondo, M Sc** **Líder Técnico Unidad QTV** **Sección de Sustancias Controladas**
Aprobado por: **Licda. Patricia Fallas Meléndez** **Jefa de Sección de Sustancias Controladas**	

COPIA NO CONTROLADA

CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
01	31/01/2018	23/12/2020	Versión Inicial del Procedimiento	02-18	PFM
02	23/12/2020	08/03/2021	- Aumento de la cantidad de sustancias tóxicas del alcance - Inclusión del uso de estándar interno - Mejora de los criterios de identificación - Mejora de las condiciones cromatográficas - Inclusión de la técnica SEM EDX entre las pruebas iniciales	29-20	PFM

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
03	08/03/2021	29/04/2022	- Inclusión adendum del informe de validación de lacrimógenos. - Aumento alcance con lacrimógenos. - Modificación del nombre del PON - Correcciones menores.	05-21	PFM
04	29/04/2022	12/08/2022	- Se incluye semicuantificación de bebidas alcohólicas. - Se incluye anexo con base de datos de UV. - Acciones correctivas por Auditoría Interna 2022.	04-22	MOZ
05	12/08/2022	15/02/2023	- Se aumenta el alcance a AINES por ATR/FTIR y Raman - Se incluye una marcha analítica por sustancias tóxicas e irritantes - Se elimina la técnica SEM EDX de las pruebas iniciales	08-22	MOZ
06	15/02/2023	24/11/2023	- Se aumenta las sustancias incluidas en el alcance QuEChERS-GC-MS	01-23	PFM
07	24/11/2023	20/12/2024	- se incluye análisis cualitativo de ketamina por Raman	06-23	PFM

COPIA NO CONTROLADA

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
08	20/12/2024		- Se incluye ensayo color Morris para ketamina. - Se incluye ensayo de Reinsch para arsénico. - Se aumenta el alcance de irritantes con piperina y dos capsaicinoides. - Se incluye el análisis cualitativo de seis N-metilcarbamatos por UV y ATR-FTIR. - Se incluye el análisis cualitativo de dos bipiridilos por ensayo ditionito, UV y ATR-FTIR. - Se incluye el análisis cualitativo de sales inorgánicas de cianuro por ensayo de color de azul de Prusia, ATR-FTIR y Raman. - Se incluye el análisis cualitativo de 2,4-D por UV e ATR-FTIR - Se incluye el análisis cualitativo de glifosato por ATR-FTR y Raman. - Se aumenta el alcance GC-MS con análogos de fentanilo y otros opioides.	07-24	PFM

COPIA NO CONTROLADA

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

1 Objetivo:

Determinación cualitativa de sustancias tóxicas (drogas, plaguicidas, inductores del sueño y otras sustancias tóxicas) y de sustancias irritantes.

2 Alcance:

Este procedimiento describe una marcha analítica para la determinación de drogas, sustancias tóxicas e irritantes.

Este procedimiento describe las metodologías que se debe aplicar para la determinación cualitativa de sustancias tóxicas inorgánicas: cianuro de sodio por ensayo de color de azul de Prusia y Raman o ATR-FTIR en briquetas y bebidas (7.5), KCl en inyectables y bolsas de suero por SEM-EDX (7.6), sustancias inorgánicas comunes y peligrosas por ATR-FTIR y Raman (7.7) y arsénico por ATR-FTIR, Raman y SEM EDX (7.8); de medicamentos de alta potencia por ATR-FTIR y Raman (7.9), ketamina HCl en inyectables por ensayo de color de Morris y Raman (7.10) y para la determinación cualitativa y semicuantitativa de metanol y etanol por ATR-FTIR (7.11).

Adicionalmente incluye las metodologías que se deben para la determinación cualitativa de plaguicidas tóxicos: herbicidas bipiridilos en formulaciones agrícolas, bebidas y alimentos por el ensayo de color o UV y ATR-FTIR (7.12), para la determinación cualitativa de insecticidas N-metilcarbamatos en formulaciones agrícolas, bebidas y alimentos por UV y ATR-FTIR (7.13), para la determinación cualitativa de 2,4D por UV y ATR-FTIR en formulaciones y bebidas (7.14) y para la determinación de glifosato en formulaciones por ATR-FTIR y Raman (7.15).

Este procedimiento incluye una metodología por QuEChERS y GC-MSD (7.16), modificada a partir del método oficial para residuos de plaguicidas EN 15662-2008, para la determinación cualitativa de plaguicidas, inductores del sueño, drogas, otras sustancias tóxicas y de lacrimógenos y capsaicinoides (Ver listado de sustancias en alcance en el Anexo 01). La metodología por drogas y sustancias tóxicas puede ser aplicada a: medicamentos; formulaciones de plaguicidas; agua y bebidas (alcohólicas y no alcohólicas), alimentos y aplicadores de algodón. La metodología por sustancias irritantes puede ser aplicada a: aplicadores de algodón, prendas de vestir impregnadas de lacrimógenos, granadas antidisturbios y aerosoles de defensa personal, entre otras muestras.

No forman parte del alcance de este procedimiento la determinación de sustancias tóxicas clasificadas como armas químicas de guerra, toxinas, ni aquellas sustancias tóxicas indicadas explícitamente como fuera del alcance en el Anexo 01.

COPIA NO CONTROLADA

3 Referencias:

3.1 EN 15662 "Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE-QuEChERS-method", 2008.

3.2 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de ácido 2,4-diclorofenoxiacético (2,4-D) en formulaciones agrícolas de la sal, por UV y FTIR, Informe de validación 026—QUI-DCF-2019

3.3 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de AINE´s por ATR-FTIR y Raman, Informe de validación 002-QUI-VAL-2022.

3.4 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de aletrina, resmetrina, permetrina, ciflutrina, cipermetrina y deltametrina por QuEChERS – GC-MSD en productos comerciales, Adendum 017-QUI-VAL-2020 al Informe de validación 003-QUI-VAL-2018.

3.5 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de aletrina, resmetrina, permetrina, ciflutrina, cipermetrina y deltametrina por QuEChERS – GC-MSD en productos comerciales, Informe de validación 003-QUI-VAL-2018.

3.6 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de arsénico en azúcar mediante el ensayo de color de Reinsch y SEM EDX, informe de validación 010-QUI-VAL-2022.

3.7 Validación de la metodología para el análisis de cianuro por determinación de pH, ensayo a la gota de azul de Prusia, ensayo a la gota de nitrato de plata y ATR-FTIR, Informe de validación 032-QUI-VAL-2017.

3.8 Validación de la metodología para el análisis de cianuro de sodio por Raman, Informe de validación 014-QUI-VAL-2024.

3.9 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de análogos de fentanilo y otros opioides por GC-MS, Informe de validación 001-QUI-VAL-2024.

3.10 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de diclorvós, mevinfós, tionazín, dimetoato, carbofurán, terbufós, metilclorpirifós, fenclorfós, etilparatión, protiofós, etión, carbofenotión, tetrametrina, carbofurán, metilazynfós, etilazynfós, permetrina, coumafós y deltametrina por QuEChERS – GC-MSD en jugo de manzana y cerveza, Informe de validación 001-QUI-VAL-2019 B.

3.11 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de etoprofós, clorpirifós, diazinón, forato, malatión y metilparatión por QuEChERS – GC-MSD en jugo de manzana y cerveza, Informe de validación 001-QUI-VAL-2019 A.

3.12 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de glifosato en formulaciones agrícolas por ATR-FTIR y Raman, Informe de validación 015-QUI-VAL-2020.

3.13 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de ketamina HCl por el ensayo de color de tiocianato de cobalto modificado (Morris, 2007), Informe de validación 013-QUI-VAL-2024.

3.14 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de ketamina HCl por espectroscopía Raman, Informe de validación 008-QUI-VAL-2023.

3.15 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de lacrimógenos, capsaicinoides y piperina por QuEChERS – GC-MSD, Informe de validación 019-QUI-VAL-2024.

COPIA NO CONTROLADA

3.16 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de N-metilcarbamatos en alimento de perros, salchichón, coca cola y leche por UV y ATR-FTIR con extracción por QuEChERS, Informe de validación 001-QUI-VAL-(2)-2018

3.17 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de LSD en papel secante y gomitas por QuEChERS – GC-MSD, Informe de validación 006-QUI-VAL-2022.

3.18 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de otras sustancias tóxicas derivatizables y no derivatizables, en cerveza por QuEChERS – GC-MSD, Informe de validación 007-QUI-VAL-2022.

3.19 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de paraquat y diquat en formulaciones agrícolas por la prueba de color de ditionito de sodio, UV, ATR-FTIR, Informe de validación 029-QUI-DCF-2019.

3.20 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de sales inorgánicas peligrosas y comunes por ATR-FTIR, Raman, Informe de validación 001-QUI-VAL-2022.

3.21 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de somníferos y drogas tóxicas por QuEChERS- GCMSD – drogas no derivatizables en cerveza imperial, Informe de validación 008-QUI-VAL-2020.

3.22 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de sustancias tóxicas derivatizables por QuEChERS- GCMSD en cerveza imperial, Informe de validación 003-QUI-VAL-2020.

3.23 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de THC en brownie, gomitas por QuEChERS – GC-MSD, Informe de validación 008-QUI-VAL-2022.

3.24 Validación de la metodología para la determinación cualitativa y semicuantitativa de etanol y metanol en bebidas alcohólicas por espectroscopía ATR-FTIR, Informe de validación 016-QUI-VAL-2021.

COPIA NO CONTROLADA

4 Equipos y Materiales:

4.1 Equipo instrumental:

- Agitador de vórtice estándar con regulador de la intensidad de agitación o similar
- Balanza analítica (rango de 0,0001 a 200 g; menor división 0,0001 g) o similar
- Balanza granataria (rango de 0,01 a 500 g; menor división 0,01 g) o similar
- Campana extractora de humos estándar
- Centrífuga para tubos de 15 mL y 50 mL de hasta 3000 rcf y temporizador o similar
- Cromatógrafo de gases con detector de masas Agilent 7890A-5975C inert con TAD, con columna HP5-MSUI de 30 m de longitud con 0,25 mm de diámetro interno y un grosor de filme de fase estacionaria de 0,25 µm y gas de arrastre de helio, internamente identificado GCMS02
- Espectrofotómetro UV Cary 60 que permita leer entre 190 nm y 380 nm
- Espectrómetro ATR-FTIR Thermo Nicolet iS5 con accesorios iD7 ATR que permite leer entre 4000 cm^{-1} y 525 cm^{-1}

- Espectrómetro Raman Metrohm Instant Mira M-3 que permite leer entre 400 cm^{-1} y 2000 cm^{-1}
- Estereoscopio con aumento 4X o similar, preferiblemente con cámara fotográfica con testigo métrico
- Evaporador / concentrador con nitrógeno regulable a 1,0 mL/min ± 0,1 mL/min, con flujo tangencial y baño de agua a 40 °C ± 2 °C o similar
- Horno con regulador de temperatura que alcance 70 °C +/- 2 °C y temporizador o similar
- Horno con regulador de temperatura que alcance 110 °C +/- 2 °C y temporizador o similar
- Microspopio de barrido electrónico JEOL, JSM-6610LV, acoplado a detector por dispersión de rayos X, Oxford Instrumens 51-XMX0002 (SEM EDX) o equivalente
- pH-metro, con electrodo de vidrio que permita leer pH de 1 a 14 unidades de pH, con una presión de al menos 0,1 unidades de pH
- Plantilla eléctrica de calentamiento, estándar de laboratorio o similar

Nota No. 1: La verificación y condiciones o parámetros de adquisición de resultados de los equipos instrumentales se especifican en el "Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas", vigente, apartados "7.2.11" en adelante y "7.10.1 Parámetros de adquisición de resultados cromatográficos y espectroscópicos" respectivamente.

COPIA NO CONTROLADA

4.2 Materiales y Cristalería:

- Balones aforados de 5 mL, 10 mL y 25 mL, clase A, reutilizables
- Beaker de diferentes capacidades, reutilizables
- Caja de cartón o láminas de cartón y/o lentes de seguridad para rayos láser
- Cubeta de cuarzo de 1 cm de paso óptico
- Cubre bocas para polvos 3M N95 o similar
- Espátulas diferentes tamaño, reutilizables
- Formulario Departamental "Solicitud de préstamo de equipo pericial a nivel interno del DCF" P-DCF-GCT-JEF-07-R1
- Formulario de Sección "Evaluación de Resultados por ATR-FTIR y Raman", código P-DCF-ECT-QUI-034-R02
- Formulario de Sección "Evaluación de secuencia por GC-MSD" código P-DCF-ECT-QUI-034-R01
- Formulario de Sección "Hoja de control por GC-MSD" código P-DCF-ECT-QUI-034-R03
- Formulario de Sección "Resultados semicuantitativos y preliminares de licores", código P-DCF-ECT-QUI-034R14
- Gradillas para tubos de ensayo
- Guantes de nitrilo SOLVEX 37-145 o superior
- Guantes de protección química, descartables, de nitrilo
- Hoja de cálculo estandarizada para estimaciones hipergeométricas y de masas en objetos con N> 4 unidades (gramos), código H-DCF-ECT-QUI-16
- Insertos para viales de 1,5 mL o similar
- Lámpara de luz UV de onda corta y larga
- Lentes de seguridad
- Mascarilla buconasal o cara completa con filtro 3M 6003 ó mascarilla cara completa con cartucho 3M 450-02-11R06 o equivalente

- Micro-cucharas de polipropileno, antiestáticas para el dispensado de polvos, de diferentes tamaños (1/128 de cucharadita, 6-10 mg, 10-15 mg y 25-30 mg), reutilizables
- Micropipetas automáticas diferentes volúmenes (10,0 uL a 5000 uL)
- Mortero con pistilo o similar, reutilizable
- Papel aluminio
- Papel o cinta de pH amplio ámbito 0 – 13, cada 1 unidad de pH o similar
- Papel secante
- Perlas de ebullición
- Pinzas de plástico
- Placa para pruebas a la gota, reutilizable
- Probetas verificadas de diferentes capacidades (100 mL a 1L), reutilizables
- Puntas de micropipeta, diferentes tamaños
- Tapa rosca de baquelita y septa de teflón, Supelco 27141 o equivalente, reutilizables
- Tela blanca de algodón limpia
- Tubos cónicos de extracción de polipropileno, de 15 mL
- Tubos cónicos de extracción de polipropileno, de 50 mL
- Tubos de fondo redondo de vidrio, de 5 mL, Themo Scientific 5-SV o equivalente, reutilizables
- Tubos de ensayo de vidrio de 10 mL, reutilizables
- Tubos vacíos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL
- Viales ámbar de vidrio, sililizados de 4 mL, rosca 13-425
- Viales de 1,5 mL para el automuestreador del cromatógrafo (transparentes y ámbar)
- Viales claros para medición por Raman 15 x 26 w/13-425, en dispositivo O4, o similar, reutilizables

Nota No. 2: La cristalería u otros materiales reutilizables deben de ser lavados como se indica en el apartado 7.1.2 del Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas versión vigente.

COPIA NO CONTROLADA

5 Reactivos y Materiales de Referencia:

5.1 Reactivos:

- Absorbente amina primaria y secundaria (PSA), calidad QuEChERS
- Absorbente C18EN, calidad QuEChERS
- Absorbente carbón negro grafitizado (GCB), calidad QuEChERS
- Absorbente clean screen C_8/ácido bencensulfónico (CSDAU), calidad extracción en fase sólida
- Acetato de etilo, grado cromatográfico
- Acetona, grado cromatográfico
- Acetona, grado reactivo
- Acetonitrilo, grado cromatográfico o equivalente
- Ácido clorhídrico concentrado, grado reactivo
- Ácido nítrico concentrado, grado reactivo
- Agua desionizada o destilada
- Carbón activado, grado reactivo lavado con HCl, Sigma C4386 o equivalente
- Diclorometano, grado reactivo o superior
- Disolución de ácido nítrico 3 M (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución de ácido nítrico 50% (Ver preparación en Anexo 02)

- Disolución de cianuro de sodio o potasio 0.1 M (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución de ditionito de sodio 1% en NaOH 1,0 N preparado fresco (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución de NaOH 0,1 N (Reactivo 1 para el ensayo de Morris, Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución de NaOH 1,0 M (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución de NaOH 3,0 M (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución de nitrato de plata 0,1 M (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución de nitrato de plata 0.5 M (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución tiocianato de cobalto 2% (Reactivo 2 para el ensayo de Morris, Ver preparación en Anexo 02)
- Ditionito de sodio, grado reactivo
- Etanol 95%, grado reactivo
- Éter de petróleo, grado reactivo
- Hidróxido de sodio en pellets, grado reactivo
- Hipoclorito de sodio 3.5% (cloro doméstico)
- Lámina de cobre
- Metanol, grado espectrométrico
- Metanol, grado cromatográfico
- Mezcla de absorbentes 19+1 (Ver preparación en Anexo 02)
- Mezcla de absorbentes 59+1 (Ver preparación en Anexo 02)
- Mezcla de sales EN15662 ($MgSO_4$ 4,0 g; NaCl 1,0 g; citrato sódico tribásico dihidrato 1,0 g y citrato sódico dibásico sesquihidrato 0,5 g).
- $MgSO_4$ anhidro, calidad QuEChERS
- Nitrato de plata, grado reactivo
- N,O-bis(trimetilsilil)trifluoroacetamina (BSTFA), grado cromatográfico, preferiblemente con 1% de trimetilclorosilano (TMCS)
- N-*tert*-butildimetilsilil-N-metiltrifluoroacetamida (MTBSTFA, grado cromatográfico, preferiblemente con 1% de *tert*-butildimetilclorosilano
- Sulfato de hierro (II) hepatahidratado, grado reactivo
- Tiocianato de cobalto, grado reactivo
- Tolueno, grado cromatográfico
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL con 25 mg C18 y 150 mg de 19+1
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL con 25 mg C18 y 150 mg de 59 + 1
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL con 25 mg CSDAU y 150 mg de 19+1
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL con 25 mg PSA y 150 mg de 19+1
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 2 mL con 25 mg ó 50 mg PSA y 150 mg de 59 + 1
- Tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) de 15 mL con 100 mg PSA y 600 mg de 19+1

Nota No. 3: El reactivo ditionito de sodio sólido (también denominado hidrosulfito o hiposulfito de sodio) es inestable en presencia de humedad, por lo que debe mantenerse en una desecadora al vacío con desencante.

COPIA NO CONTROLADA

Nota No. 4: Los reactivos críticos se encuentran clasificados en el Listado de Reactivos de la Sección de Sustancias Controladas y deben ser verificados y gestionados como se indica en el apartado 7.3 del Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente.

Nota No. 5: Los tubos para extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) se pueden utilizar los comprados o se pueden preparar en el laboratorio mezclando, para cada uno, las proporciones en mg correspondientes.

5.2 Materiales de referencia:

- Disolución de trabajo niveles de calibración (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia, una para cada grupo de analitos a incluir en el o los controles positivos (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia de antraceno en acetonitrilo 0,100 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia de oxazepam-D_5 en acetonitrilo 0,0250 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia de prazepam en acetonitrilo 0,200 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia de tetrafeniletileno en acetato de etilo 0,150 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución intermedia de tetrafeniletileno en acetonitrilo 0,150 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución madre de antraceno en tolueno, 2,00 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución madre de prazepam en acetonitrilo, 2,00 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución madre de tetrafeniletileno en tolueno, 2,00 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- Disolución madre individual de cada uno de los analitos a incluir como controles positivos, preferiblemente a 2,00 mg/mL (ver preparación en Anexo 02)
- Material de referencia de antraceno, grado mínimo estándar analítico
- Material de referencia de prazepam, grado mínimo estándar analítico
- Material de referencia de tetrafeniletileno, grado mínimo estándar analítico
- Material de referencia en disolución (1,00 mg/mL en metanol) de oxazepam–D_5, grado mínimo material de referencia certificado
- Material de referencia puro "neat" (grado mínimo estándar analítico), ó material de referencia en disolución (por ejemplo 1,00 mg/mL, grado mínimo material de referencia certificado) de cada analito a incluir en el o los controles positivos.

COPIA NO CONTROLADA

Nota No. 6: Los materiales de referencia de bipiridilos deben almacenarse en refrigeración (2 °C a 8 °C) ± 2 °C y en una desecadora. El material de referencia de paraquat requiere secarse en una estufa 110 °C ± 10 °C, previo a su utilización. Esto es especialmente importante si el espectro ATR-FTIR no cumple con los criterios de la hoja de control.

Nota No. 7: La verificación al momento de la apertura y la verificación intermedia, de los materiales de referencia se realiza como se establece en el PON de Gestión de casos de Sección de Sustancias Controladas, vigente, en el apartado "7.4 Gestión de materiales de referencia (MR) cualitativos y cuantitativos – subapartado 7.4.4 Apertura de materiales de referencia".

6 Condiciones Ambientales:

Las condiciones ambientales de humedad y temperatura requeridas para la adquisición de los resultados de los análisis y la operación de los equipos de medición e instrumentales se establecen en el Procedimiento de Gestión de casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente, apartado "6. Condiciones Ambientales".

7 Procedimiento:

7.1 Determinación de masa:

7.1.1 Realice, como se indica en el PON de Determinación de masa, versión vigente, la determinación de masa en una balanza granataria para las muestras recibidas cuando se trata de drogas psicotrópicas, estupefacientes y medicamentos o cuando la Autoridad Judicial así lo solicite.

Nota No. 8: Si la determinación de masa no puede realizarse por un tema de seguridad se debe realizar una anotación en el proceso de Datos y Resultados.

7.1.2 Registre los resultados de masa en el grupo de análisis "QTV – determinación masa" ó "QTV – estimación masa / muestreo" y registre los datos del cálculo hipergeométrico en el grupo de análisis "QDR – Estimación masa o K (gramos)" o equivalente según corresponda.

Nota No. 9: En el caso de los objetos que corresponden a tabletas y que se realiza un muestreo para definir la muestra para los análisis, no es requerido registrar en el SADCF la estimación de masa pues no se reporta en el Dictamen; pero si se completan los datos en la hoja de cálculo.

7.1.3 Incluya en el Dictamen Pericial como un resultado únicamente la masa de drogas (materiales sólidos y fragmentos). No se incluye para medicamentos.

Nota No. 10: En el PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, versión vigente, en el apartado "7.7 Aspectos específicos de registros en el SADCF" se dan indicaciones sobre el registro y reporte de la masa.

7.2 Marcha analítica para el escrutinio de sustancias tóxicas e irritantes:

Nota No. 11: Las muestras que se reciben por sustancias tóxicas tienen diversos orígenes y pueden contener cualquier sustancia química, por lo que, para enfocar mejor el análisis a realizar y por medidas de seguridad química puede ser importante realizar pruebas iniciales. Las pruebas iniciales pueden omitirse si se tiene claro el analito o familia de analitos requerido por la Autoridad Judicial, o que, por la peligrosidad del material recibido, no sea recomendable realizarlas. Estas pruebas iniciales permitirán aportar información analítica para decidir si el analista se dirige a otros procedimientos específicos, apartados específicos de este procedimiento o se continúa con el escrutinio más amplio que es la determinación por QuEChERS-GC-MSD descrita en este procedimiento.

COPIA NO CONTROLADA

7.2.1 Diríjase, de tener claro el analito o familia de analitos requerido por la Autoridad Judicial, al PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, versión vigente, apartado "7.8.1 Clasificación de solicitudes para la atención de la pericia solicitada, para seleccionar los análisis a realizar.

7.2.2 Aplique a la muestra cuestionada, de no tener claro el analito o familia de analitos específicos requerido por la Autoridad Judicial, pruebas iniciales, por ejemplo: medición de pH con cinta de pH o pH metro, UV (Ver apartado 7.3), ATR-FTIR y/o Raman (Ver apartado 7.4),

Nota No. 12: Los parámetros de adquisición de resultados de los equipos instrumentales espectroscópicos se especifican en el **"**Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas**"**, versión vigente, apartado "7.10.1 Parámetros de adquisición de resultados cromatográficos y espectroscópicos".

7.2.3 Compare los espectros UV, ATR-FTIR y/o Raman obtenidos contra las bases de datos espectrales de la Sección o las bases comerciales disponibles.

7.2.4 Registre los resultados de las pruebas iniciales en el SADCF, en el grupo de análisis de pruebas iniciales correspondiente de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis". Firme e incorpore en el legajo de cada caso los espectros y las comparaciones con las bases de datos.

7.2.5 Decida, como perito responsable, a partir de los resultados obtenidos de las pruebas iniciales:

a) Un valor de pH menor de 3 o mayor de 10 permite indicar la presencia de una sustancia corrosiva. En tal caso diríjase al PON de corrosivos. Un pH mayor de 10 puede indicar la presencia de una sal inorgánica de cianuro. En este último caso diríjase al apartado "7.5 Determinación cualitativa de cianuro en bebidas y briquetas de NaCN" de este procedimiento.

b) De detectar, mediante pruebas iniciales, una sustancia incluida en el alcance de algún PON técnico específico, dirigirse al PON técnico específico.

c) De detectar, mediante pruebas iniciales, una sustancia incluida en el alcance de este PON diríjase al apartado correspondiente.

d) Si mediante pruebas iniciales se obtienen resultados que indican que la sustancia detectada no se encuentra en el alcance de las metodologías vigentes o no corresponde a una droga psicotrópico ni estupefaciente o sustancia tóxica (conforme a lo solicitado por la A.J.) se pueden detener los análisis previa discusión y aprobación del líder técnico y reportar el resultado como negativo.

e) Si los resultados de las pruebas iniciales son negativos, continue con la determinación por QuEchERS – GC-MSD (apartado 7.16 de este procedimiento).

7.3 Determinación por UV:

COPIA NO CONTROLADA

7.3.1 Inicie con la medición de un blanco de celda y entre cada medición para garantizar la limpieza de la celda siguiendo el PON respectivo de manejo y uso del equipo y utilizando el disolvente que se indica en el Cuadro I.

7.3.2 Mida el blanco de reactivos (aplica cuando media una extracción), las muestras cuestionadas o preparaciones de éstas y el control positivo en el UV siguiendo el PON respectivo de manejo y uso del equipo.

7.3.3 Verifique que cada espectro obtenido (muestras cuestionadas y control positivo) presente los máximos de absorción entre un valor de 0,05 uA y 1,0 uA. Para esto concentre o diluya con el disolvente (Ver Cuadro I) según sea necesario.

7.3.4 Obtenga para cada espectro, con el software del equipo, el valor de longitud de onda para las bandas de absorción más cercanas a los valores establecidos en el siguiente cuadro:

Cuadro I: Bandas de absorción características de las sustancias incluidas en el alcance de la metodología UV.

Sustancia	Longitud de onda máximos de absorción en nm/ ±2 nm	Disolvente para la lectura / grado espectroscópico
metomilo	234	metanol
oxamilo	221	
aldicarb	249	
carbofurán	277	
propoxur	272	
carbarilo	221 y 280	
2,4-D	230 y 285	metanol
paraquat	257	agua destilada
diquat	309	

COPIA NO CONTROLADA

7.3.5 Evalúe los resultados obtenidos con los criterios de aceptación y rechazo que se establecen en el apartado 8 de este procedimiento.

7.3.6 Genere el reporte pdf que incluya los espectros y la tabla de las bandas para los blancos de celda, el blanco de reactivos (control de extracción), las muestras cuestionadas y controles positivos. Incorpore en el SADCF.

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

7.4 Determinación por ATR-FTIR y Raman:

7.4.1 Mida las muestras cuestionadas o preparaciones de éstas y el control positivo en el ATR-FTIR ó Raman, según corresponda, siguiendo el PON respectivo de manejo y uso del equipo.

Nota No. 13: La comparación espectral se puede realizar tanto contra el material de referencia directo como contra el material de referencia extraído (control positivo). En la validación de la metodología se determinó que para el oxamilo y el propoxur la comparación se realiza contra el material de referencia sometido al proceso de extracción sin matriz, pues el espectro obtenido difiere en algunas bandas.

Nota No. 14: Es posible realizar la comparación espectral contra un material de referencia leído anteriormente siempre y cuando sea en el mismo ATR-FTIR o Raman y se logre demostrar la reproducibilidad de la posición de las bandas (exactitud del número de onda) en el tiempo. Esto se logra con la evaluación del comportamiento del material de referencia de poliestireno.

7.4.2 Ejecute en el software del equipo ATR-FTIR, a los espectros obtenidos, la corrección de línea de fondo y muestre los espectros como porcentaje de transmitancia en el eje de las ordenadas.

7.4.3 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 establecidos en el "Formulario Evaluación de Resultados por ATR-FTIR y Raman".

Cuadro II: Sustancias incluidas en el alcance por ATR-FTIR y/o por Raman.

A.	**Sustancias incluidas en alcance por ATR-FTIR y Raman**
Medicamentos de alta potencia	acetaminofén, ibuprofeno, diclofenaco sódico, indometacina
Sustancias inorgánicas comunes y/o peligrosas	bicarbonato de sodio, carbonato de litio, nitrato de amonio, nitrito de sodio, perclorato de potasio, óxido de arsénico (III)

B.	**Sustancias incluidas en alcance solo por ATR-FTIR**
alcoholes	etanol, metanol
N-metilcarbamatos	metomilo, oxamilo, aldicarb, carbofurán, carbarilo y propoxur
bipiridilos	paraquat dicloruro, diquat dibromuro
cianuro	AgCN (preparado para la identificación de cianuro inorgánico)
fenoxiácidos	2,4-D

C.	**Sustancias incluidas en alcance solo por Raman**
cianuro	NaCN
drogas	ketamina HCl en disolución acuosa

COPIA NO CONTROLADA

7.4.4 Complete el formulario "Evaluación de resultados por ATR-FTIR y Raman" e incorpore firmado al legajo del caso.

7.4.5 Evalúe los resultados obtenidos con los criterios de aceptación y rechazo que se establecen en el apartado 8 de este procedimiento.

7.4.6 Genere el reporte pdf que incluya los espectros y las bandas de la(s) muestras cuestionadas y controles positivos. Preferiblemente incluya la tabla de las bandas y el reporte de la búsqueda en biblioteca. Incorpore en el SADCF.

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

7.5 Determinación cualitativa de cianuro en bebidas y briquetas de NaCN:

Nota No. 15: El esquema analítico para la identificación de una sal inorgánica de cianuro debe incluir el ensayo de color de Azul de Prusia y la medición directa del espectro Raman para muestras sólidas. La medición directa por Raman se puede reemplazar por la medición del

preparado de AgCN por ATR-FTIR. Para muestras líquidas el esquema analítico es el ensayo de color de Azul de Prusia y la medición del preparado de AgCN por ATR-FTIR. La determinación del catión por SEM-EDX en muestras sólidas se realiza por excepción, en caso que la Autoridad Judicial lo solicite.

7.5.1 Prepare un recipiente con cantidad suficiente de cloro doméstico para ir agregando los desechos de los ensayos de color y otros residuos. Prepare una bolsa plástica de cierre térmico para ir agregando las muestras para destrucción y otros residuos.

Nota No. 16: Los residuos en cloro se dejan reposar toda la noche dentro de la capilla y se descartan en la pila. La bolsa con los sobrantes de las muestras cuestionadas se cierra y se entrega a la Regencia Química para su disposición final.

7.5.2 Preparación inicial de las muestras cuestionadas:

Nota No. 17: Advertencia de seguridad: evite el contacto directo de las muestras cuestionadas por cianuro inorgánico con cualquier sustancia ácida para evitar el desprendimiento de HCN(g), el cual es un gas tóxico a temperatura ambiente. Las muestras cuestionadas deben ser manipuladas con medidas extremas de seguridad, dentro de la capilla, pues se desconoce su concentración y desprenden HCN(*g*). **Sin excepción trabajar siempre dentro de la capilla**.

7.5.2.1 Muestras sólidas: Realice una disolución de prueba disolviendo aproximadamente 20 mg de la muestra cuestionada en aprox. 1,5 mL de agua destilada o desionizada para obtener una disolución de prueba de concentración aproximada 0,1 M.

7.5.2.2 Muestras líquidas: no requieren preparación. Verifique su miscibilidad en agua agregando una gota de agua destilada o desionizada a una porción del líquido cuestionado. Si el líquido no es miscible, no continúe con el procedimiento. Analice como disolución de prueba.

7.5.3 Caracterización por medición del pH:

7.5.3.1 Mida el pH de la disolución de prueba con cinta de pH y un control negativo con agua desionizada.

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

7.5.3.3 Registre el pH en el grupo de análisis respectivo de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

Nota No. 18: Las disoluciones acuosas de cianuro, son fuertemente alcalinas, por ejemplo, una disolución de concentración 0,1 M de cianuro de sodio tiene un pH > 10.

7.5.3.4 Si el pH es mayor o igual a 10 proceda con las siguientes determinaciones, de lo contrario no continúe y reporte como negativo por una sal inorgánica de cianuro.

7.5.4 Ensayo a la gota de Azul de Prusia para anión cianuro:

COPIA NO CONTROLADA

7.5.4.1 Mida al menos un blanco de reactivos y un control positivo correspondiente a una disolución de concentración 0,1 M del material de referencia de NaCN y/o KCN.

7.5.4.2 Agregue a un tubo de ensayo aproximadamente 1 mL de disolución de prueba.

7.5.4.3 Agregue una pequeña punta de espátula de sulfato de hierro (II) heptahidratado y observe la formación de un precipitado color naranja que pasa a un tono verdoso.

7.5.4.4 Deje reposar y no agite por al menos 3 minutos.

7.5.4.5 Agregue lentamente 2 gotas de HCl conc., deje reposar y observe la formación de un precipitado de color azul de prusia.

COPIA NO CONTROLADA

A B



Figura 1: Ejemplo de las coloraciones que se obtienen con el ensayo de color de Azul de Prusia. A. Tras la adición de hierro (II) y B. Tras la adición del HCl.

Cuadro III: Resultados esperados de la prueba de Azul de Prusia observados en la validación de la metodología para diferentes sustancias alcalinas:

Sustancia alcalina	Resultado tras la adición de hierro (II) heptahidratado	Resultado tras la adición del ácido clorhídrico concentrado
NaCN / KCN	precipitado anaranjado que cambia a precipitado verde	precipitado color azul de prusia
NaOH /KOH	precipitado de un tono verde/gris	disolución verde/gris
NH_4OH conc	precipitado café	disolución café
NaOCl doméstico	precipitado naranja	disolución amarillo intenso
Agua desionizada	no hay cambio	no hay cambio

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

7.5.4.7 Solicite a un funcionario competente la verificación del resultado del ensayo de color y registre ésta en el grupo de análisis respectivo de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

7.5.4.8 En caso de obtener un resultado negativo por la prueba a la gota no continúe y reporte como negativo por cianuro inorgánico.

7.5.5 Medición directa de NaCN por Raman:

7.5.5.1 Coloque aprox. 100 mg del material cuestionado a una bolsa plástica transparente tipo ziploc y cierre herméticamente (también puede ser en un vial de lectura de Raman con tapa).

7.5.5.2 Realice las lecturas en el Raman como se indica en el apartado 7.4 de este procedimiento.

7.5.6 Preparación del AgCN para la determinación por ATR-FTIR:

7.5.6.1 Continue con la disolución de prueba sobrante y agregue aprox. 2 mL de disolución de nitrato de plata concentración 0,5 M y observe la formación de un precipitado. Agite para ayudar a coagular el precipitado. Centrifugue de ser necesario. Descarte el líquido sobrenadante.

Cuadro IV: Resultados esperados de la prueba de nitrato de plata observador en la validación del procedimiento para diferentes sustancias alcalinas:

sustancia	Resultado tras la adición de nitrato de plata
NaCN, KCN	precipitado blanco o blanco grisáceo de AgCN
NaOH, KOH	precipitado café chocolate de AgO
NH_4OH	no hay cambio
NaOCl	precipitado blanco y formación de grumos cafés
Agua desionizada	no hay cambio

COPIA NO CONTROLADA

7.5.6.2 Lave el precipitado con una porción de al menos 2 mL de agua destilada y luego con una porción de al menos 2 mL de acetona grado reactivo. Centrifugue de ser necesario.

7.5.6.3 Permita la evaporación de la acetona y que el precipitado seque.

7.5.6.4 Mida el preparado de AgCN en el ATR-FTIR como se indica en el apartado 7.4.

7.5.7 Caracterización del catión por SEM EDX:

7.5.7.1 Prepare la muestra sólida para análisis por SEM-EDX.

7.5.7.2 Solicite la colaboración del encargado del SEM-EDX para la determinación, siguiendo lo establecido en el Procedimiento de Control de Equipos Código P-DCF-GCR-JEF-07, versión vigente, para el préstamo de equipos entre secciones.

7.5.7.3 Solicite la medición del sólido de la muestra cuestionada (en tres zonas diferentes) en el SEM-EDX.

7.5.7.4 Obtenga con el software del equipo y para cada zona, el valor de las líneas correspondientes.

7.5.7.5 Evalúe los resultados obtenidos con los criterios de aceptación y rechazo que se establecen en el apartado 8 de este procedimiento.

7.5.7.6 Genere el reporte pdf que incluya los espectros y la composición atómicas de las muestras leídas. Incorpore en el SADCF.

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

7.6 Determinación cualitativa de KCl

Nota No. 19: El esquema analítico para la identificación del KCl es el ensayo de cloruros y la identificación de K y Cl por SEM EDX.

7.6.1 Incluya en la selección de muestra para análisis, para las bolsas de suero, líquido del interior de la bolsa y de diferentes partes de la vía (*e. g.* antes y después del septo).

7.6.2 Ensayo por cloruros:

7.6.2.1 Mida al menos un blanco de reactivos y un control positivo.

7.6.2.2 Agregue a un tubo de ensayo no más de 1 mL de líquido cuestionado y agregue 2 gotas de HNO_3 3 M y 4 gotas de AgNO3 0,1 M. La formación de un precipitado blanco es indicativa de la presencia de iones cloruro.

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

7.6.2.4 Solicite a un funcionario competente la verificación del resultado del ensayo de color y registre ésta en el grupo de análisis respectivo de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

7.6.3 Caracterización del catión potasio por SEM EDX

7.6.3.1 Proceda como se indica en 7.5.7 para el catión potasio.

7.7 Determinación cualitativa directa de sustancias inorgánicas comunes y peligrosas por ATR-FTIR y Raman:

Nota No. 20: El esquema analítico es la medición del espectro ATR-FTIR y del espectro Raman.

7.7.1 Realice la medición directa de la muestra de cristales y polvos cuestionados en el ATR-FTIR y Raman como se indica en el apartado 7.4 de este procedimiento.

7.8 Determinación cualitativa de óxido de arsénico (III):

COPIA NO CONTROLADA

Nota No. 21: El esquema analítico para la determinación cualitativa de óxido de arsénico (III) es la medición del ensayo de Reinsch y el SEM EDX. En caso de no disponer del SEM EDX se puede emplear Raman (más específico) o ATR-FTIR.

7.8.1 Prepare una bolsa plástica de cierre térmico para ir agregando las muestras para destrucción y otros residuos. Entregue a la Regencia Quimica para su disposición final.

7.8.2 Determinación de arsénico por la prueba Reinsch:

7.8.2.1 Prepare trozos de lámina de cobre de aproximadamente 5 mm x 5 mm de la lámina de cobre. Se requiere un trozo por preparación. Realice un lavado por inmersión en ácido nítrico 50% hasta obtener una superficie brillante. Seguidamente enjuague con agua desionizada.

Nota No. 22: Debe correr un blanco de reactivos por cada 12 preparaciones y un control positivo con material de referencia de As_2O_3 (se prepara mezclando 5 g de azúcar y 13 mg As_2O_3).

7.8.2.2 Mida no más de aprox. 500 mg de la muestra de azúcar o sal cuestionada y coloque en un beaker de 50 mL. Para muestras líquidas mida aprox 10mL de la misma.

7.8.2.3 Agregue aprox. 10 mL de agua desionizada y 5 mL de HCl 1,0 M. Agite manualmente para homogenizar. Para muestras líquidas, mida aproximadamente 10mL de la misma y agregue 5 mL de HCl 1,0 M

7.8.2.4 Precaliente el baño maría hasta ebullición. Una vez caliente introduzca los beaker con los trozos de lámina de cobre con las pinzas plásticas y caliente en baño maría por aprox. 1 hora dentro de la capilla de extracción, manteniendo constante el volumen de la disolución con HCl 1,0 M.

7.8.2.5 Remueva la lámina de cobre del beaker con las pinzas plásticas y realice un lavado suave con agua desionizada, coloque sobre un trozo de papel toalla y observe la coloración en el trozo de la lámina.

COPIA NO CONTROLADA

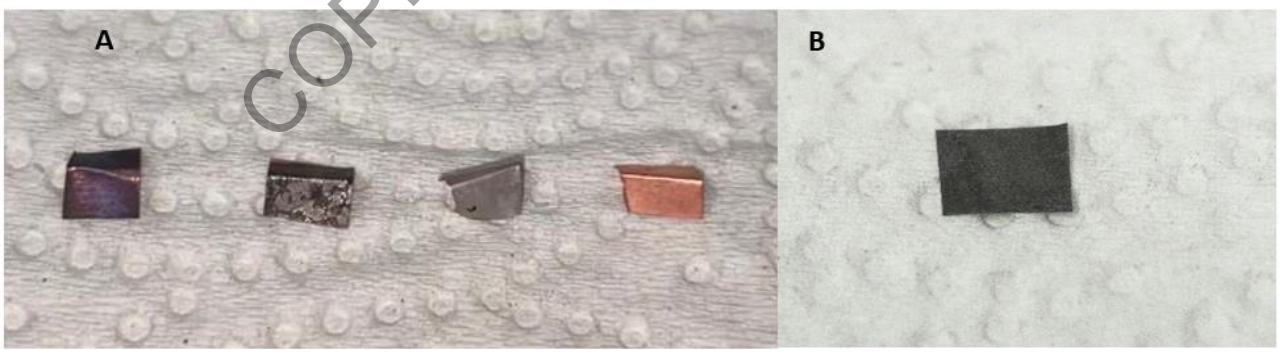


Figura 2: Coloración en el trozo de cobre obtenidos por la prueba Reinsch. **A**) en orden de izquierda a derecha: antimonio (coloración negro púrpura); bismuto (coloración negro brillante moteado); mercurio (coloración plateada y desaparece al día siguiente); blanco de reactivos a una concentración establecida de 0,100 mg M/g azúcar. **B**) arsénico 1,00 mg As/g azúcar (coloración negro mate).

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

7.8.2.7 Solicite a un funcionario competente la verificación del resultado del ensayo de color y registre ésta en el grupo de análisis respectivo de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

7.8.2.8 En caso de obtener un resultado negativo por la prueba no continúe y reporte como negativo por arsénico inorgánico.

7.8.2.9 Disponga de la lámina de cobre ya analizada en el contenedor de punzocortantes. Proceda a neutralizar la disolución ácida restante y deseche por la pila.

7.8.3 Caracterización de los átomos As y O por SEM EDX:

7.8.3.1 Proceda como se indica en 7.5.7 para los átomos As y O.

7.8.4 Medición del Raman y/o ATR-FTIR del oxido de arsénico (III):

7.8.4.1 Realice la medición directa de la muestra de polvo cuestionado en el Raman y/o ATR-FTIR como se indica en el apartado 7.4 de este procedimiento.

7.9 Determinación cualitativa directa de medicamentos de alta potencia por ATR-FTIR y Raman:

Nota No. 23: El esquema analítico es la medición del espectro ATR-FTIR y del espectro Raman.

7.9.1 Realice la medición directa de la muestra de tabletas y polvos derivados de éstas en el ATR-FTIR y en el Raman como se indica en el apartado 7.4 de este procedimiento.

Nota No. 24: Los medicamentos incluidos en el alcance son tabletas de alta potencia por ejemplo de AINES (antiinflamatorios no esteroideos).

7.10 Determinación cualitativa de ketamina HCl en frascos de medicamentos en disolución acuosa:

Nota No. 25: El esquema analítico es la medición del ensayo de color Morris y la medición directa del espectro Raman del líquido inyectable.

7.10.1 Ensayo de color de Morris:

7.10.1.1 Mida simultáneamente al menos un blanco de reactivos y un control positivo. Como material de referencia puede utilizarse 1 gota de material de referencia secundario de ketonal 50 o 100 mg/mL.

7.10.1.2 Agregue a un tubo de ensayo (puede realizarse también en una placa de pruebas a la gota) una gota de la muestra líquida (aprox. 50 uL) ó una punta de espátula pequeña de la muestra sólida (aprox. 10 mg) cuestionada. Para las muestras sólidas se agrega adicionalmente

COPIA NO CONTROLADA

una gota de agua desionizada y se agita para dispersar el sólido y promover que la droga presente se disuelva.

7.10.1.3 Agregue seguidamente 1 gota de NaOH 0,1 N agite. Es de esperar observar la formación de una turbidez blanca. Antes de que transcurra un minuto se agrega 1 gota de disolución acuosa de tiocianato de cobalto al 2% y se agita.

Nota No. 26: Un resultado positivo para la prueba es la formación de un precipitado lavanda a morado (dependiendo de la concentración de la ketamina). Un resultado negativo es indicado por un precipitado verde u otra coloración (Ver figura 3). El ensayo de color de Morris también permite la diferenciación de la ketamina de cocaína y xilacina (Ver figura 4).

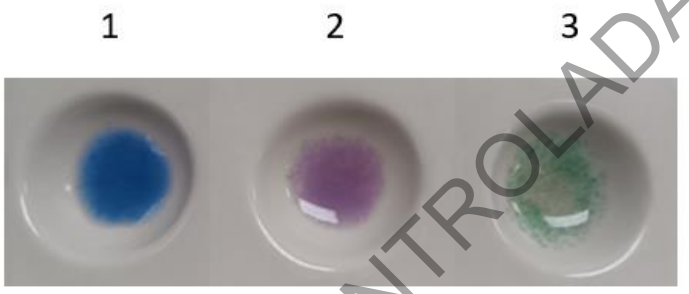


Figura 3: Ejemplo de las coloraciones que se obtienen con el ensayo de color de Morris. 1. coloración lavanda (> 2,5 mg de ketamina HCl), 2. Coloración morada (< 2,5 mg de ketamina HCl), 3. Coloración verde que se obtiene con el blanco de reactivos.

COPIA NO CONTROLADA

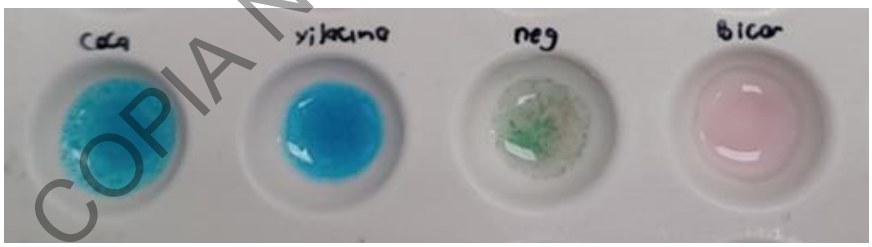


Figura 4: Ejemplo de las coloraciones que se obtienen con el ensayo de color de Morris. De izquierda a derecha coloración turquesa con grumos para cocaína, coloración celeste para xilacina, coloración verde para el blanco de reactivos y coloración rosada para el bicarbonato de sodio.

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

7.10.1.5 Solicite a un funcionario competente la verificación del resultado del ensayo de color y registre ésta en el grupo de análisis respectivo de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

7.10.2 Determinación de disoluciones de ketamina HCl por Raman:

7.10.2.1 Realice la medición en el Raman del líquido directo como se indica en el apartado 7.4 de este procedimiento.

Nota No. 27: Si el frasco es de vidrio transparente realice la medición directo en el frasco, si el frasco es de vidrio ámbar vierta al menos aproximadamente 0,5 mL en el vial de Raman para la lectura.

Nota No. 28:En caso de tener un resultado negativo o no concluyente ya sea con el ensayo de color o con el Raman, proceda a analizar el líquido por por QuEChERS y GC-MSD (ver apartado 7.16 de este procedimiento).

7.11 Determinación cualitativa y semicuantitativa de etanol y metanol por ATR-FTIR en bebidas alcohólicas:

Nota No. 29: La determinación semicuantitativa de etanol y/o metanol sirve de criterio para definir la dilución a aplicar previo a la extracción de sustancias tóxicas por QuEChERS (Ver apartado 7.13 de este procedimiento) para obtener una concentración de etanol en la muestra cuestionada no mayor de 10 mL/100mL.

7.11.1 Mida la bebida directa en el ATR-FTIR como se indica en 7.4

7.11.2 Complete, de forma adicional el Formulario "Resultados semicuantitativos y preliminares de licores" para obtener el valor semicuantitativo del alcohol y establecer la dilución a aplicar para la determinación por por QuEChERS y GC-MSD (ver apartado 7.16 de este procedimiento).

7.12 Determinación cualitativa de bipiridilos (paraquat y diquat):

Nota No. 30: El esquema analítico para la identificación de paraquat o de diquat es el ensayo de color de ditionito y/o el espectro UV junto con el espectro ATR-FTIR.

7.12.1 Prepare un recipiente plástico con cantidad suficiente de una disolución de NaOH 3 M para ir colocando las puntas, tubos, cristalería y restos de las disoluciones para la inactivación de los desechos. Prepare una bolsa plástica de cierre térmico para ir agregando las muestras para destrucción y otros residuos.

Nota No. 31: Los residuos en hidróxido de sodio se dejan reposar toda la noche y se descartan en la pila. La bolsa con los sobrantes de las muestras cuestionadas se cierra y se entrega a la Regencia Química para su disposición final.

7.12.2 Preparación de la muestra cuestionada:

7.12.2.1 Formulaciones agrícolas: Agregue aprox. 200 uL de la muestra cuestionada de formulación en un tubo de 15 mL. Agregue 2 ml de agua destilada y seguidamente 10 gotas de HCl conc. Tape y agite por aprox. 30 s.

COPIA NO CONTROLADA

Nota No. 32: En el caso de algunas formulaciones de paraquat que son de color verde malaquita se deberá observar un cambio de coloración hacia un amarillo y en el caso de algunas formulaciones del diquat que son de color café oscuro, puede no ser apreciable un cambio de color en este punto.

7.12.2.2 Diluciones acuosas o bebidas adulteradas: Agregue aprox. 1 mL a 2 mL de dilución acuosa o bebida adulterada en un tubo de 15 mL. Ajuste el volumen a 2 mL totales con agua desionizada de ser necesario. Agregue 10 gotas de HCl conc. Tape y agite por aprox. 30 s.

7.12.2.3 Limpie dos veces la disolución acidificada de las muestras cuestionadas con aprox. 2 mL de diclorometano, agitando en el vórtex por aprox. 2 min y descartando siempre la fase orgánica (inferior). Centrifugue, de ser necesario a 3000 rcf por 5 min.

7.12.2.4 Agregue al tubo: aprox. 2 mL de etanol 95%, una punta de espátula (aprox. 0,1 gramos) de carbón activado y unas perlas de ebullición.

7.12.2.5 Caliente suavemente (aprox. 80 °C) en baño maría por 10 min o hasta que el carbón decolore la disolución (No caliente muy fuerte pues salpica).

7.12.2.6 Permita enfriar y centrifugue a al menos 3000 rcf por aprox. 5 min.

Nota No. 33: Si esta disolución sigue de tono verde, se puede repetir el proceso de limpieza con carbón activado.

7.12.2.7 Decante el líquido en un beaker de 50 mL. Esta se denominará en adelante "disolución de prueba".

7.12.3 Ensayo de color de ditionito de sodio para bipiridilos:

7.12.3.1 Mida al menos un blanco de reactivos y un control positivo con material de referencia.

7.12.3.2 Agregue, en un tubo de ensayo al menos 10 uL de la "disolución de prueba" y agregue aprox. 1 mL de agua desionizada. Seguidamente agregue aprox. 1 mL de la disolución de ditionito de sodio 1% en NaOH 1,0 M.

7.12.3.3 Registre los resultados en el SADCF, en el grupo de análisis "QTV - bipiridilos" de la funcionalidad "Registro de datos y resultados de los análisis".

Nota No. 34: La formación de una coloración azul es indicativo de la presencia de paraquat y la formación de una coloración verde claro es indicativo de la presencia de diquat. El control negativo no da coloración.



COPIA NO CONTROLADA

Figura 5: Ejemplo de las coloraciones que se obtienen con el ensayo de color de ditionito de sodio 1% en NaOH 1,0 M. La coloración azul (tubo a la izquierda) es característica de la presencia de paraquat y la coloración verde claro (tubo de la derecha) es característica de diquat.

7.12.4 Medición del UV para bipiridilos:

7.12.4.1 Proceda con la medición del espectro UV a la disolución de prueba como se indica en el apartado 7.3 de este procedimiento.

7.12.5 Preparación del sólido para la determinación por ATR-FTIR:

7.12.5.1 Agregue al resto de la "disolución de prueba", aproximadamente 10 mL de etanol 95%.

7.12.5.2 Caliente con las perlas de ebullición, para eliminar progresivamente por evaporación el agua del azeótropo y conforme se va reduciendo el volumen de la disolución agregue etanol 95%. Repita esto hasta que al evaporar se obtenga un sólido seco.

7.12.5.3 Lleve a sequedad sobre una plantilla eléctrica o en un horno a 110 °C, teniendo cuidado que no se queme el residuo sólido. El residuo sólido obtenido podrá presentar una coloración blanca, amarilla o café muy claro.

7.12.5.4 Realice la medición del ATR-FTIR como se indica en el apartado 7.4 de este procedimiento.

7.13 Determinación cualitativa de N-metilcarbamatos:

Nota No. 35: El esquema analítico para la identificación de N-metilcarbamatos es la medición del espectro UV y el espectro ATR-FTIR.

7.13.1 Prepare una bolsa plástica de cierre térmico para ir agregando las muestras para destrucción y otros residuos. La bolsa con los sobrantes de las muestras cuestionadas se cierra y se entrega a la Regencia Química para su disposición final.

Nota No. 36: Para formulaciones agrícolas sólidas: Proceda directamente con la determinación por UV (ver apartado 7.3) y con la determinación por FTIR-ATR (ver apartado 7.4). En caso de que los resultados muestren contaminantes que no permiten la identificación espectral de forma directa, proceda con la limpieza y extracción que se describe a continuación.

7.13.2 Limpieza y extracción:

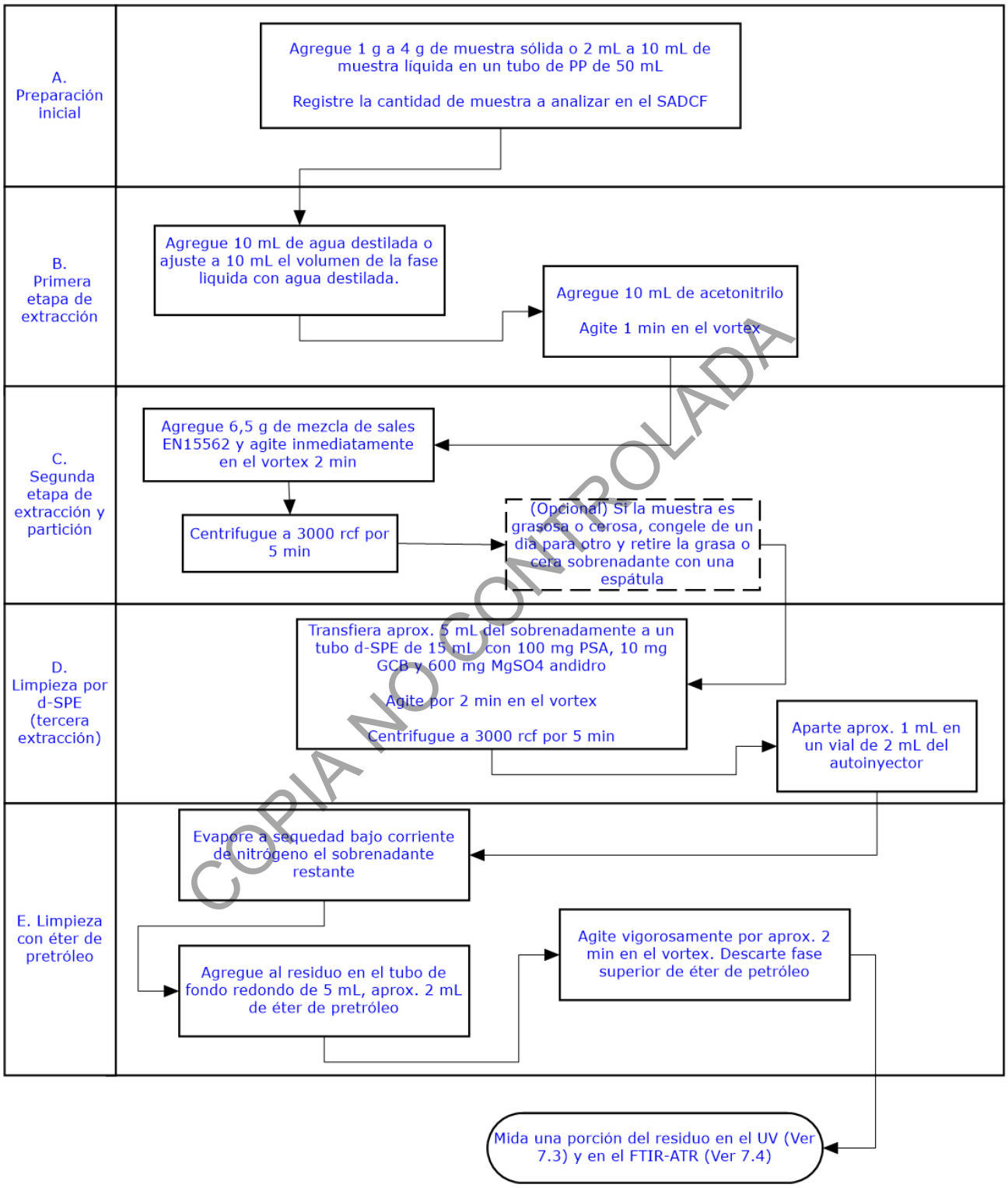
Nota No. 37: La cantidad de muestra para análisis puede variar. Por ejemplo, en el caso de formulaciones se toma cantidad suficiente que contenga 20 mg del ingrediente activo. Dependiendo del tamaño de la muestra (por ejemplo, un hueso o un trozo de salchichón grande) puede ser de utilidad realizar un lavado a la muestra con aprox. 10 mL de agua desionizada y aprox. 10 mL de acetonitrilo en un beaker. Posteriormente se decanta el líquido en el tubo de PP de 50 mL.

Nota No. 38: Las extracciones y limpiezas que se describen pueden ser escaladas, según el tamaño de las muestras, manteniendo las mismas proporciones de disolventes y resinas.

COPIA NO CONTROLADA

Nota No. 39: La limpieza con éter de petróleo puede llevar a la pérdida de algunos plaguicidas no incluidos en la validación de esta metodología (otros N-metilcarbamatos u organofosforados). Por lo anterior, se reserva un 1 mL del líquido sobrenadamente de la limpieza para su análisis por GC/MSD. Esto es particularmente importante en caso que los resultados por UV y principalmente FTIR-ATR sean negativos.

COPIA NO CONTROLADA



COPIA NO CONTROLADA

7.14 Determinación cualitativa de 2,4-D:

Nota No. 40: El esquema analítico para la identificación de ácido 2,4-diclorofenoxiacético (2,4-d) es la medición del espectro UV junto con el espectro ATR-FTIR.

7.14.1 Prepare una bolsa de cierre térmico para ir agregando los desechos de los indicios. La bolsa con los sobrantes de las muestras se cierra y se entrega a la Regencia Química para su disposición final.

7.14.2 Preparación de la muestra cuestionada:

7.14.2.1 Formulaciones agrícolas: tome aprox. 100 uL de la muestra cuestionada de formulación en un tubo de 15 mL. Agregue 2 ml de agua destilada y agite por aprox. 30 s.

7.14.2.2 Diluciones acuosas o bebidas: Tome aprox. 1 mL o hasta aprox. 5 mL de líquido cuestionado en un tubo de 15 mL y centrifugue para eliminar sólidos suspendidos, en caso de ser necesario.

7.14.2.3 Agregue HCl conc. gota a gota hasta pH ácido y observe la formación de cristales. Si es necesario agite suavemente para ayudar a la formación de los mismos.

7.14.2.4 Centrifugue y separe los cristales por decantación. Seque los cristales, colocándolos en un papel secante.

7.14.2.5 Realice la determinación por UV (ver apartado 7.3) y ATR-FTIR (ver apartado 7.4) a una pequeña porción de los cristales obtenidos. En caso que los espectros no den resultados aceptables (Ver apartado 8) realice la determinación por QueCHERS GC-MSD (apartado 7.16).

7.15 Determinación cualitativa de glifosato:

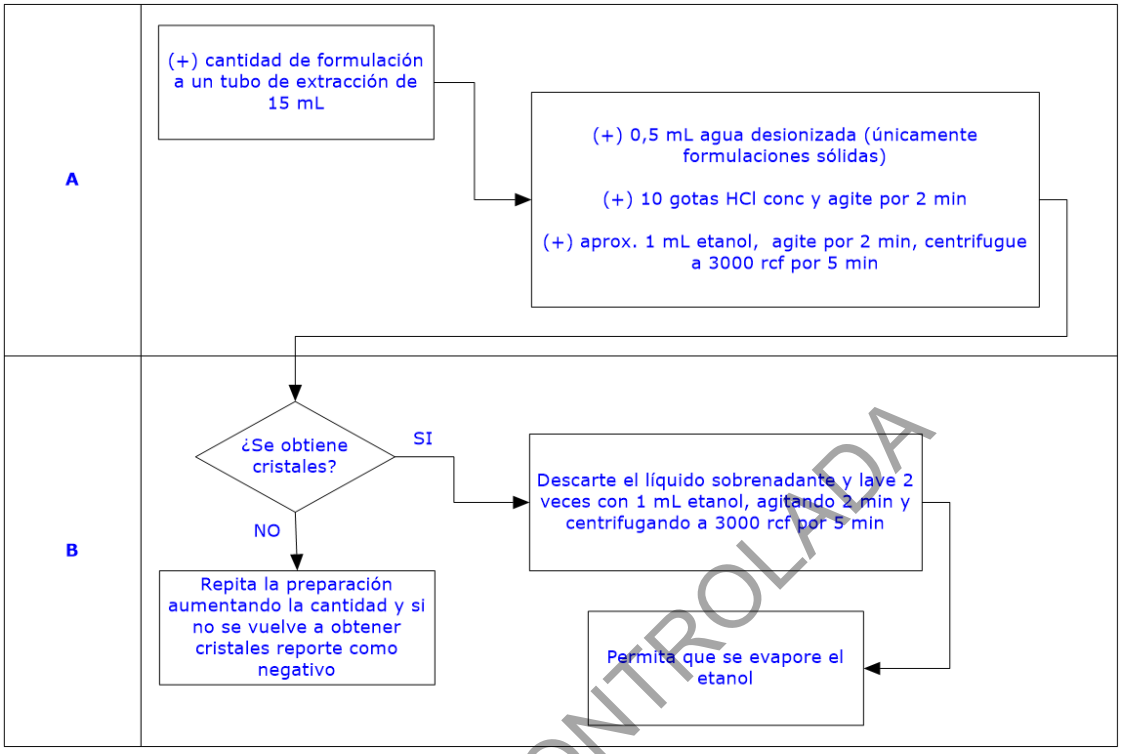
Nota No. 41: El esquema analítico para la identificación de glifosato es la medición del espectro UV y el espectro ATR-FTIR.

7.15.1 Prepare una bolsa de cierre térmico para ir agregando los desechos de los indicios. La bolsa con los sobrantes de las muestras se cierra y se entrega a la Regencia Química para su disposición final.

7.15.2 Preparación de la muestra cuestionada:

7.15.2.1 Tome de 250 mg a 1000 mg de la formulación sólida o líquida.

COPIA NO CONTROLADA



COPIA NO CONTROLADA

Nota No. 42: No refrigere ni congele la disolución obtenida para evitar la cristalización de excipientes de la formulación.

7.15.3 Realice la medición en el Raman y en el ATR-FTIR como se establece en el apartado 7.4 de este procedimiento.

7.16 Determinación cualitativa de sustancias tóxicas e irritantes por QuEchERS – GC-MSD:

7.16.1 Controles para el aseguramiento de la calidad de los resultados:

7.16.1.1 Prepare un **blanco de reactivos** (BR) como control negativo por cada grupo de hasta 12 preparaciones de muestras a extraer.

7.16.1.2 Prepare, en el caso de prendas de vestir, de forma preferible, un **control adicional** (CA), correspondiente a un trozo de la prenda de otra zona, de un tamaño similar a la parte cuestionada y analice como una muestra.

7.16.1.3 Prepare de forma opcional (línea punteada en el diagrama) y de ser posible, un **control negativo en matriz** (CNM) por ejemplo, una muestra comercial similar a la cuestionada.

7.16.1.4 Prepare de forma opcional, un **control positivo en matriz** (CPM), dopando a un nivel de calibración una muestra comercial similar a la cuestionada y analice como una muestra. Se

sugiere utilizar un nivel 5. En lugar del producto comercial puede doparse otra porción de la muestra cuestionada.

Nota No. 43: El CNM y el CPM son especialmente importantes para dar mayor sustento analítico a los resultados negativos en muestras cuestionadas en matrices no incluidas en la validación de la metodología.

7.16.1.5 Prepare la o las disoluciones intermedias requeridas como **control positivo** para cada escrutinio seleccionado. Prepare, dentro del intervalo de linealidad validado, un nivel bajo (nivel 3) y un nivel alto (nivel 8) de calibración a partir de la disolución intermedia, como se establece en el Anexo 02.

Nota No. 44: En caso de que al aplicar la metodología de escrutinio se detecte una sustancia no incluida en el alcance de la metodología y se disponga de material de referencia, prepare los niveles de calibración 3, 5 y 8 asumiendo una concentración de la disolución intermedia de 50,0 mg/L u otra según los resultados obtenidos para este otro analito.

7.16.1.6 Prepare cada muestra por duplicado, cuando se disponga de cantidad suficiente, y que se trate de una sola unidad por objeto. Cuando las unidades por objeto muestreadas o seleccionadas para analizar sean más de una, se puede analizar una sola vez cada unidad.

Nota No. 45: En caso de presentaciones farmacéuticas o agrícolas con rotulación de fábrica, no es necesario realizar la muestra por duplicado.

COPIA NO CONTROLADA

7.16.2 Toma de muestra, extracción, limpieza por QuEChERS y preparación para análisis por GC-MSD:

7.16.2.1 Establezca la cantidad de muestra que se toma para análisis dependiendo del tipo de muestra recibida:

- **Forma farmacéutica líquida o una formulación líquida de plaguicida**: Se agrega al tubo de extracción de 15 mL en la "**preparación inicial**" por ejemplo 50 uL. Luego de realizar la "**segunda etapa de extracción**" se transfiere al tupo de d-SPE en la "**limpieza por d-SPE**" una alícuota determinada en la siguiente ecuación que al diluirse en el volumen de 1,5 mL resulte en una concentración de inyección en el cromatógrafo equivalente al menos a un nivel 10.

$$conc\ Nivel\ 10\ en\ \frac{ug}{mL}\ x\ \frac{1500\ uL\ (E)}{50\ uL\ form\ líquida}\ x\ \frac{2\ mL\ disln.(B)}{mg\ \frac{IA}{mL\ form}}\ = uL\ alícuota\ (\mathrm{E})$$

Ecuación 1: Fórmula para el cálculo de la alícuota a tomar en 7.4.6 cuando la muestra corresponde a una forma farmacéutica líquida o una formulación líquida de un plaguicida.

- **Forma farmacéutica sólida o solido en polvo:** se toma la tableta entera o una fracción y se tritura hasta consistencia de polvo fino. Se agrega al tubo de extracción de 15 mL en la "**preparación inicial**" con una micro-cuchara por ejemplo 10 mg del polvo. Luego de realizar la "**segunda etapa de extracción**" se transfiere al tupo de d-SPE la "**limpieza por d-SPE**" una alícuota determinada en la siguiente ecuación que al diluirse en el volumen de 1,5 mL resulte en una concentración de inyección en el cromatógrafo equivalente al menos a un nivel 10.

$$conc\ Nivel\ 10\ en\ \frac{ug}{mL}\ x\ \frac{1500\ uL\ (E)}{10\ mg\ microcuchara}\ x\ \frac{2\ mL\ disln.(B)}{ug\ I.A.por\ tab.}\ x\ mg\ 1\ tab. = uL\ alícuota\ (E)$$

Ecuación 2: Fórmula para el cálculo de la alícuota a tomar en 7.4.5 cuando la muestra corresponde a una forma farmacéutica sólida.

- **Alimento sólido húmedo (>50% agua)**: deberá calcularse a partir de la humedad del alimento, la cantidad equivalente a no más de 0,4 g de alimento seco y la cantidad de agua a agregar.

- **Aplicadores**: se coloca únicamente el algodón directamente en el tubo de 15 mL.

- **Bebida alcohólica**: Se diluye de ser necesario (ver 7.4 y Nota No. 13) con agua destilada hasta una concentración aproximada de 10 mL/100mL de etanol y se toma 2 mL de bebida o bebida diluida en la "**preparación inicial**".

- **Granadas:** Solicite obligatoriamente la desactivación de las granadas nuevas de mano para escopeta tipo "chuflais", a personal técnico de la Unidad Especializada de Intervención (UEI), de la Sección Fuerza 10 del Ministerio de la Presidencia, antes de proceder con el análisis. Se realiza un lavado del soporte con acetato de etilo y se toma para análisis aprox. 50 uL.

- **Prendas de vestir:** Si se trata de prendas de vestir cuestionadas por lacrimógenos, se examina visualmente las muestras cuestionadas por manchas de un tono rojo, rojo-naranja o rosado. Se examina de ser necesario, para una mejor ubicación de las manchas, utilizando luz ultravioleta de onda corta y larga y se recortan trozos de tela de aprox. 3 cm x 3 cm. De no observarse manchas se pueden tomar trozos de tela de diferentes partes.

- **Frutos secos o condimentos en polvo**: se toma aproximadamente 50 mg.

- **Spray de defensa personal**: se realiza un rociado suave en un trozo de tela blanca de algodón de 3 cm x 3 cm.

- **Brownie/galleta/gomita**: se toma aprox. 1,0 g de la muestra seleccionado de tres partes diferentes, luego se corta en trozos y se mezcla. Se pesa aprox. 0,20 g de la muestra en tubos de polipropileno de 15 mL.

- **Sellos LSD**: se toma no más de medio sello y se pica finamente. Se coloca en punta eppendorf y se agrega 1000 uL de metanol para extraer agitando 2 min en vortex y luego se centrifuga 2 min a 3000 rcf. Pase a la "**Adición del estándar interno**" para la adición del estándar interno como drogas derivatizables y continúe con la derivatización en "**Secado y derivatización**".

Nota No. 46: Las proporciones de disolventes, alícuotas y resinas pueden ser disminuidas o escaladas proporcionalmente de acuerdo con la presentación de la muestra cuestionada. Por ejemplo, si se toma en la "**Preparación inicial**" 10 mL de bebida o 2 g de muestra sólida se utiliza un tubo de 50 mL en la "**Preparación inicial**" y se agrega 10 mL de acetonitrilo en la **"Primera etapa de extracción"** y en la "**Segunda etapa de extracción y partición**" se agregan 6,5 g de mezcla EN15562.

COPIA NO CONTROLADA

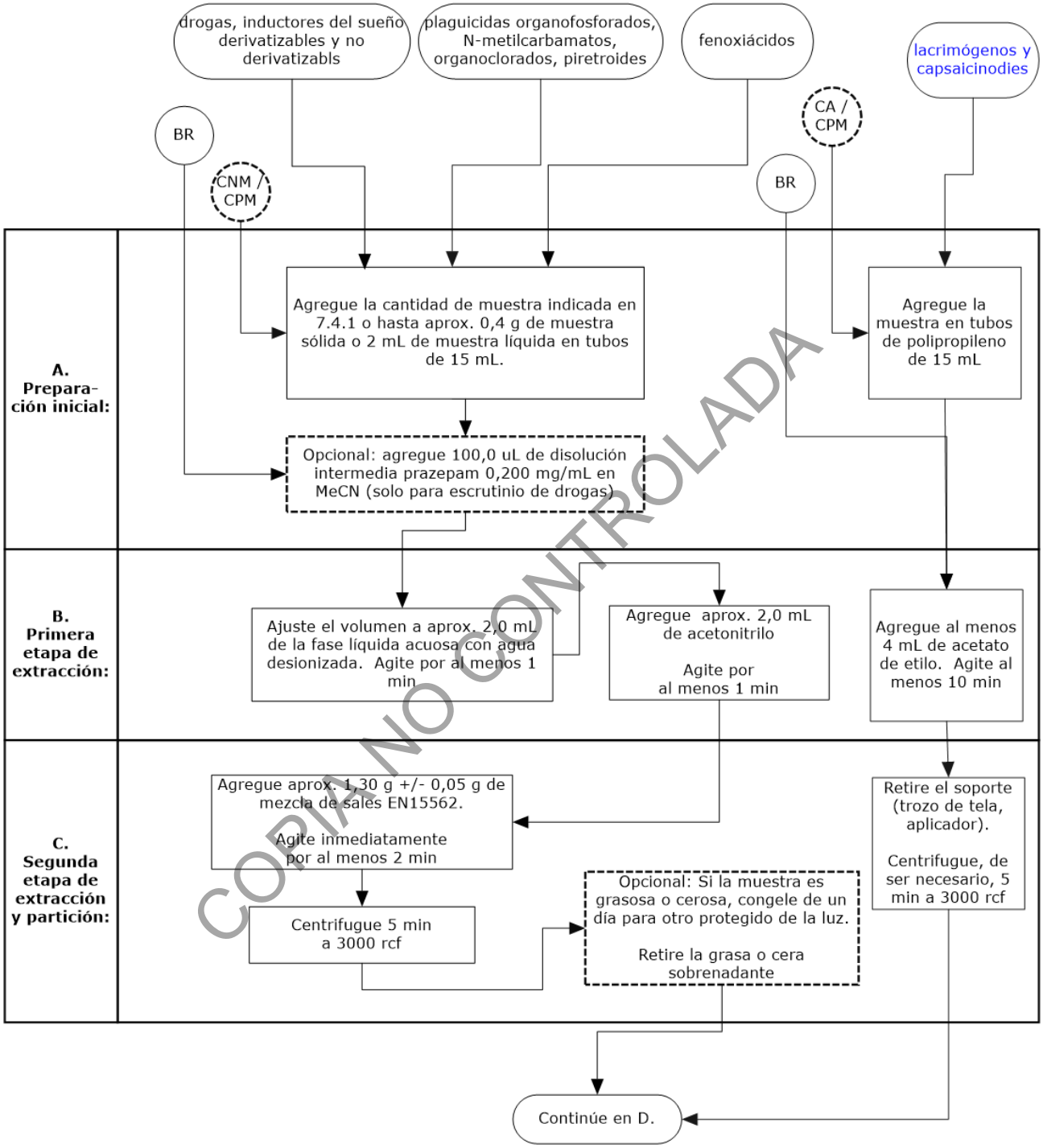
Nota No. 47: En los siguientes diagramas las operaciones en recuadros punteados son pasos preferibles.

Nota No. 48: En la "**Preparación inicial**" se puede realizar la preparación de un mismo extracto para drogas (derivatizables y no derivatizables) y plaguicidas o separarse este último. El extracto por fenoxiácidos es independiente.

Nota No. 49: La adición del prazepam, al tubo de 15 mL en la "**Preparación inicial**", como un control de extracción, es preferible para dar mayor sustento analítico a los resultados negativos.

Nota No. 50: Las tabletas, sólidos en polvo u otras formas sólidas cuestionadas por análogos de fentanilo u otros opioides incluidos en el informe de validación 001-QUI-VAL-2024 no se realiza la extracción por QuEChERS d-SPE (pasos D y E), solo lo correspondiente a las preparaciones en acetonitrilo (etapas: A, B y C) y la adición del estándar interno (etapa F), debido que no se dispone de estudios de recuperación de estas sustancias. La dilución calculada en 7.16.2.1 se realiza en la etapa F. No se realiza el secado y derivatización (etapa G) y se continúa con la preparación para análisis por GC-MSD (etapa H).

COPIA NO CONTROLADA

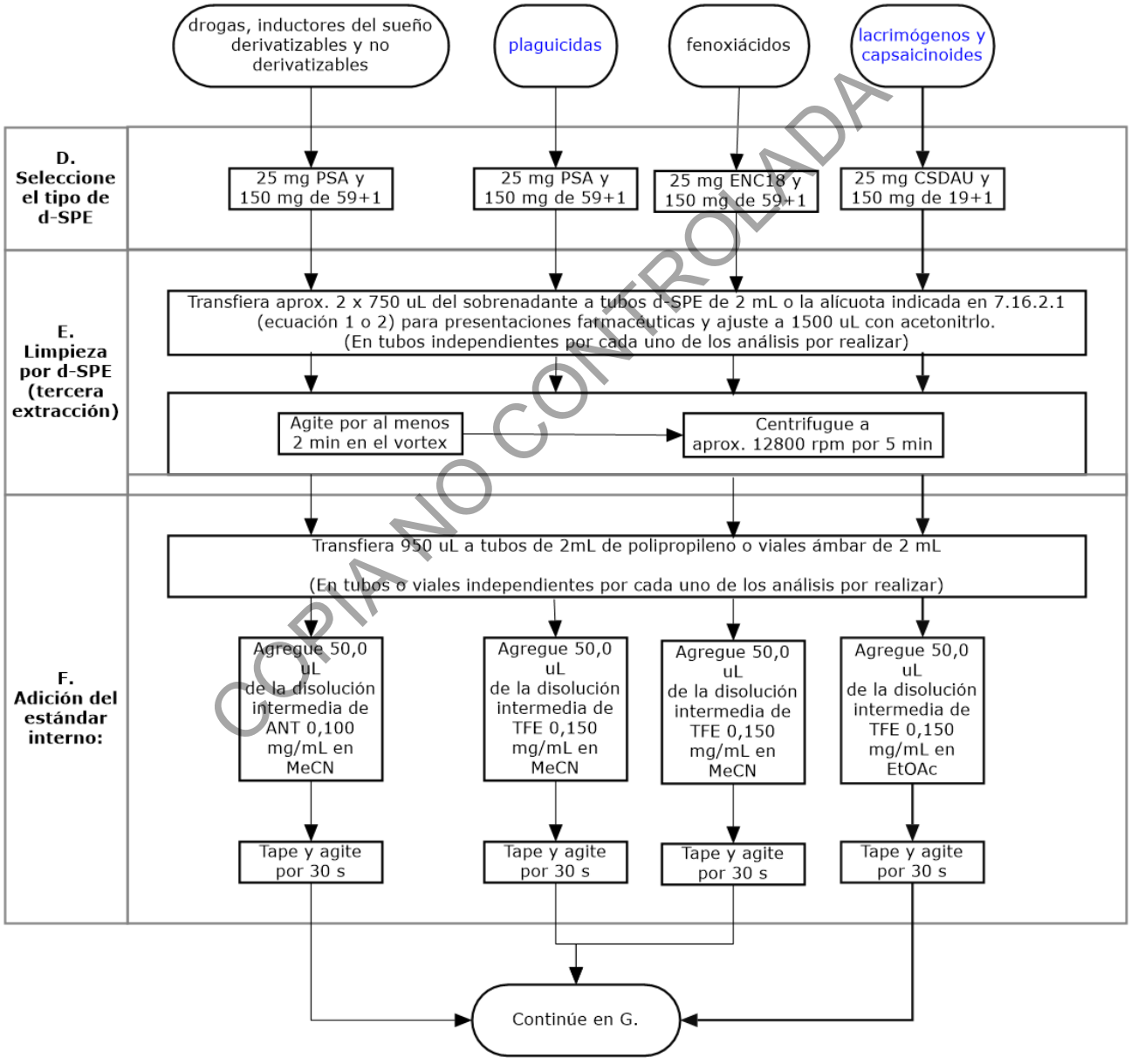


COPIA NO CONTROLADA

Nota No. 51: Si el extracto obtenido en la "**Segunda etapa de extracción y partición**" es muy coloreado, se puede seleccionar el tubo de d-SPE equivalente que contiene 150 mg de 19 +1 y si la muestra cuestionada es muy azucarada es preferible utilizar el tubo de d-SPE equivalente que contiene 50 mg de PSA.

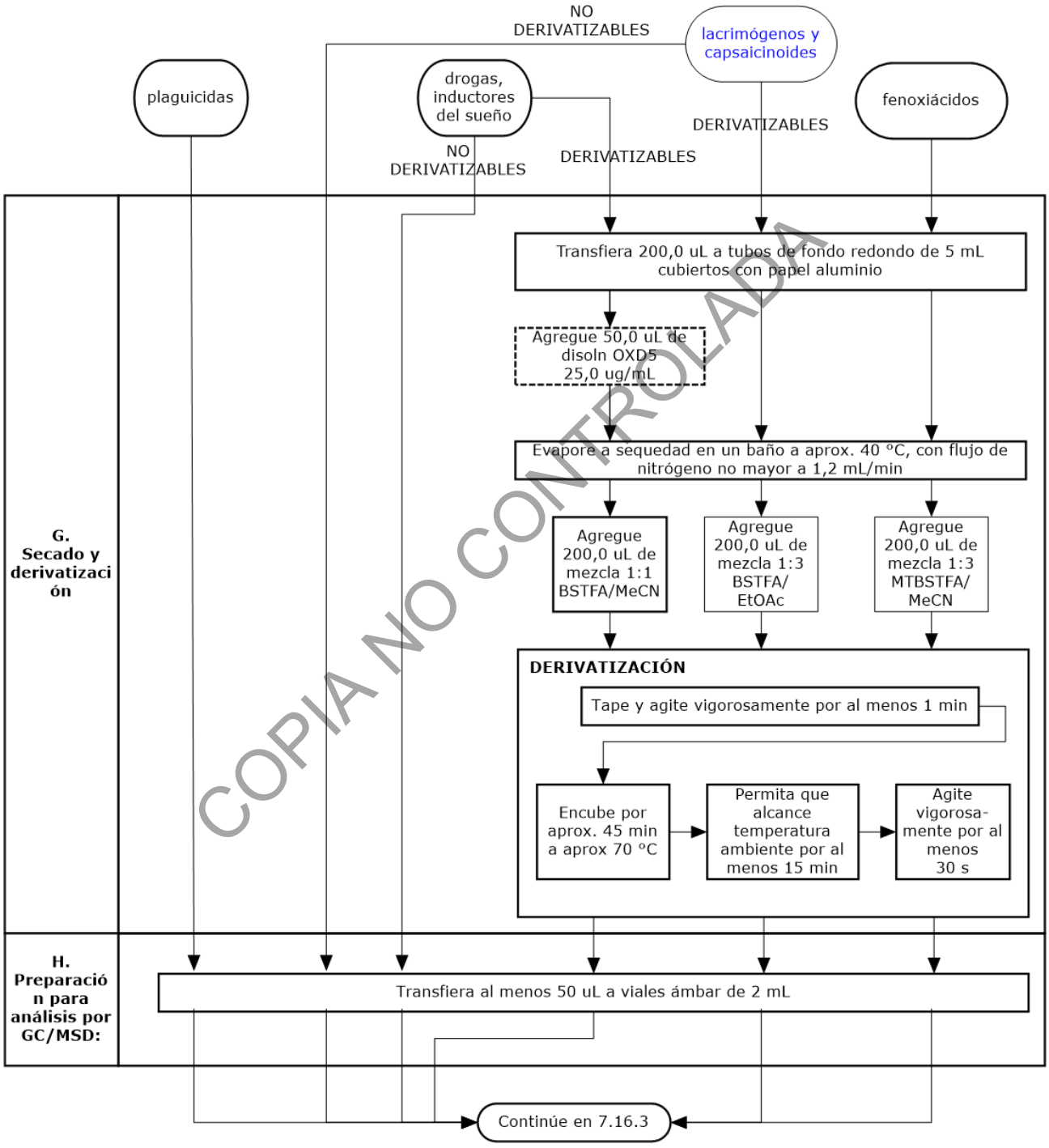
Nota No. 52: La adición del estándar interno cromatográfico descrita en "**Adición del estándar interno**" es deseable. Para plaguicidas organofosforados, piretroides y organoclorados se utiliza TFE 0,150 mg/mL en MeCN y puede utilizarse ANT 0,100 mg/mL.

Nota No. 53: Después de la adición del estándar interno se puede detener el análisis para continuarlos posteriormente. No es recomendable dejar el extracto en el tubo de d-SPE con los absorbentes. Los extractos con el estándar interno deben preservarse en congelación (-18 °C ± 2 °C). Algunos analitos pueden presentar descomposición en menos de 24 horas como es el caso de la zopiclona.



COPIA NO CONTROLADA

Nota No. 54: El vial de 2 mL para la bandeja de inyección del GCMSD en la **"Preparación para análisis por GC-MSD"** es indispensable que sea ámbar cuando se realice el escrutinio por piretroides y drogas derivatizables que incluye compuestos sensibles a la luz como clonazepam.



COPIA NO CONTROLADA

7.16.3 Preparación del GC-MSD y la secuencia:

7.16.3.1 Limpie la jeringa con acetonitrilo o acetona. En el caso de lacrimógenos se lava con acetato de etilo o acetona.

7.16.3.2 Llene los viales de lavado de la jeringa A (antes de la inyección) con acetonitrilo (acetato de etilo en el caso de lacrimógenos) y los viales de lavado B (después de la inyección) con tolueno.

7.16.3.3 Prepare los blancos instrumentales en viales transparentes de 2 mL con acetonitrilo (acetato de etilo en el caso de lacrimógenos).

7.16.3.4 Prepare la secuencia de inyección como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente. Cargue el método correspondiente y verifique las condiciones con lo indicado en el Anexo 03.

7.16.3.5 Ejecute la verificación del equipo como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente, apartado "7.2.12 Verificación Intermedia de instrumentos de análisis (GC-MSD)".

Nota No. 55: La sintonización que se realiza en el GC-MS 02 es el MSTune.

7.16.3.6 Corra la secuencia, una vez verificada.

7.16.3.7 Limpie la jeringa con acetonitrilo o acetona, lo más pronto posible tras terminar la secuencia. En el caso de lacrimógenos se lava con acetato de etilo o acetona.

7.16.3.8 Cargue el método de descanso al finalizar la corrida, si el equipo no va a ser utilizado de forma continua.

7.16.4 Evaluación de los resultados de sustancias en alcance:

7.16.4.1 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-MSD". Almacene estos registros en la carpeta G:/QTV/RESULTADOS INSTRUMENTALES.

7.16.4.2 Evalúe los resultados del blanco de arrastre (inyección después de los controles positivos), cada blanco de reactivos, cada control negativo de matriz, cada control adicional, cada blanco instrumental antes de cada muestra y de cada muestra cómo se indica en el apartado 8 del PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, versión vigente, contra los resultados de los controles positivos de la secuencia.

Nota No. 56: Si se obtiene como resultado la identificación de alguna droga o sustancia tóxica (conforme a lo solicitado por la Autoridad Judicial) de alcance no incluida en los controles positivos proceda a preparar el control positivo correspondiente de disponer de material de referencia.

7.16.5 Evaluación de los resultados de sustancias no en alcance:

COPIA NO CONTROLADA

7.16.5.1 Realice la búsqueda contra las bibliotecas agregadas al método, cuando en los cromatogramas de las muestras cuestionadas se observan otros picos cromatográficos.

Nota No. 57: Si en esta búsqueda se obtiene como resultado la detección de alguna droga o sustancia tóxica (conforme a lo solicitado por la Autoridad Judicial) **no de alcance** proceda a preparar el control positivo correspondiente de disponer de material de referencia (MR).

Nota No. 58: En el caso de la detección de una sustancia **no en alcance y no dispone de MR** proceda a analizar el espectro de masas obtenido contra la biblioteca espectral propia o comercial (preferiblemente la NIST) y/o alguna referencia científica. Proceda a analizar el espectro de masas obtenido con los siguientes criterios:

- presencia del ión molecular o pseudomolecular,
- patrón de fragmentación detallado que incluya toda la estructura de la molécula. Los iones del espectro deben incluir el racimo isotópico para garantizar que no son iones de aparición aleatoria,
- La información espectral es suficientemente fuerte para discriminar de la señal de ruido.

7.16.5.2 Registre en el proceso de Datos y resultados los resultados de la evaluación de los puntos anteriores. En caso de cumplirse le dan más peso a la detección. Reporte como una detección utilizando las redacciones predefinidas en el SADCF.

7.16.6 Generación del reporte y registro de resultados:

7.16.6.1 Genere el reporte pdf que incluya los cromatogramas y espectros para los blancos instrumentales inmediatos antes de cada muestra y las muestras cuestionadas. Incluya preferiblemente la búsqueda contra las bibliotecas para cada uno de los objetos de un caso. Incorpore en el legajo del SADCF para el caso correspondiente.

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

- QTV – escrut. plaguicidas QuEChERS-GCMS,
- QTV – escrut. drogas sin derivatizar QuEChERS-GCMS,
- QTV – escrut. drogas derivatizables QuEChERS-GCMS,
- QTV – escrut. fenoxiácidos QuEChERS-GCMS,
- QTV – escrut. lacrimógenos QuEChERS-GCMS.

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

8.1 Criterios de evaluación de resultados para pruebas iniciales:

No existen criterios de identificación para las pruebas iniciales pues de ellas no se genera ningún resultado para el Dictamen, ya que son técnicas que se aplican con un objetivo orientativo.

8.2 Criterios de evaluación de resultados de sustancias tóxicas por UV, ATR-FTIR, Raman y SEM EDX:

COPIA NO CONTROLADA

Ver PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente, apartado 8.

8.3 Criterios de evaluación de resultados por GC-MSD:

Ver los criterios de aceptación o rechazo de resultados en el apartado 8. Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente.

Nota No. 59: En caso de que no se cumplan los criterios de aceptación relacionados con la preparación de una muestra, por ejemplo, por encontrarse ésta muy concentrada, reporte como resultado detección. Seguidamente diluya la preparación para GC-MSD con acetonitrilo, acetato de etilo o mezcla derivatizante (según corresponda). Adicione el estándar interno correspondiente como se indica en "Adición del estándar interno" y continúe con el procedimiento. Registre la dilución aplicada en el SADCF y repita la determinación por GC-MSD.

Nota No. 60: En caso de que no se cumplan los criterios de aceptación de la preparación de una muestra, por ejemplo, por encontrarse muy diluida, reporte como resultado detección. Seguidamente repita la preparación con una mayor cantidad de muestra.

Nota No. 61: La presencia de etanol en las bebidas afecta la recuperación de los analitos en general, principalmente para los z-hipnóticos. Por lo anterior un resultado negativo por z-hipnóticos puede corresponder a un falso negativo.

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

Registre, cuando corresponda, la incertidumbre de la balanza granataria utilizada en el grupo de análisis "QTV – estimación masa / muestreo" y registre los datos del cálculo hipergeométrico en el grupo de análisis "QDR – Estimación masa o K (gramos)" o equivalente según corresponda.

Las otras partes de este procedimiento no involucran cálculos ni evaluación de incertidumbre.

La concentración de la preparación de las disoluciones madre y disoluciones intermedias, al ser con fines cualitativos, se registran con tres cifras significativas y sin cálculo de incertidumbre.

COPIA NO CONTROLADA

10 Reporte de Análisis y Resultados:

10.1 Reporte los resultados en el Dictamen Pericial como se indica en los "Resultados Predefinidos" incluidos en el "Grupo de Análisis" asociado al objeto desde la funcionalidad de "Registro de Datos y Resultados de los análisis" del SADCF.

Nota No. 62: En el caso de bebidas alcohólicas, un resultado negativo no incluye los z-hipnóticos.

Nota No. 63: Los resultados en el Dictamen Pericial que incluyen la identificación de una sustancia psicotrópica y/o estupefacientes y los casos negativos en los cuales se solicita explícitamente el servicio de sustancias psicotrópicas y/o estupefacientes, al encontrarse bajo alcance de acreditación deben indicar el uso del símbolo de acreditación.

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

Ver PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente, apartado 11.

Antes de trabajar indicios de granadas o aerosoles con lacrimógenos coordine con la persona encargada de Salud Ocupacional de la Sección, para prevenir a los compañeros de trabajo que sean sensibles a estas sustancias.

Por su peligrosidad, las formulaciones agrícolas sólidas en polvo de N-metilcarbamatos deben ser manipuladas con filtro buconasal para polvos o dentro de la capilla.

Al manipular las granadas con lacrimógenos y aerosoles de defensa personal, trabaje dentro de la capilla, con guantes Solvex® y emplee una mascarilla al menos buconasal con filtro 3M 6003 o superior. Lave los guantes con agua y jabón antes de desecharlos.

Los analitos incluidos en este PON son extremadamente tóxicos para los humanos, por lo que deben ser manipulados con guantes desechables. Se deben de lavar las manos con agua y jabón ante cualquier contacto y al terminar la sesión de trabajo.

Limpie constantemente con agua y jabón lo más pronto posible superficies, cristalería y las manos para evitar la contaminación del ambiente y del personal.

Ver PON de Gestión de Casos de Sección Sustancias Controladas, vigente, apartado "Gestión de residuos y lavado de cristalería" para el manejo de los desechos generados en este PON.

COPIA NO CONTROLADA

12 Simbología:

- 19 + 1: mezcla en proporción de 15,0 g de $MgSO_4$ y 0,75 g de GCB
- 2TMS: indica que el compuesto es acilado con el grupo trimetilsilil en dos grupos funcionales
- 59 + 1: mezcla en proporción de 15,0 g de $MgSO_4$ y 0,25 g de GCB
- AINE´s: antiinflamatorios no esteroideos
- ANT: antraceno
- aprox.: aproximadamente
- ATR-FTIR: técnica espectrométrica por absorción de luz infrarroja con transformada de Fourier con dispositivo de reflectancia total atenuada
- BR: blanco reactivo
- BSTFA: N,O-bis(trimetilsilil)trifluoroacetamina
- C8: resina de gel de sílice modificada con cadenas de octil-sililo
- CA: control adicional
- Cn: concentración
- CNM: control negativo de matriz
- CPM: control positivo de matriz
- CSDAU: C8/ácido bencensulfónico
- DCF: Departamento de laboratorio de Ciencias Forenses
- d-SPE: extracción en fase sólida dispersiva
- ENC18: resina de gel de sílice modificada con cadena de Octadecil-sililo, inactivada
- EtOAc: acetato de etilo

- GC-MSD: Se refiere a la técnica Cromatografía Gas Líquido con Detector Selectivo de Masas de Impacto Electrónico o al instrumento.
- GCB: carbón negro grafitizado
- GCMS02: identificación interna del cromatógrafo de gases con detector de masas Agilent 7890A-5975C, con columna HP5-MSUI de 30 m de longitud con 0,25 mm de diámetro interno y un grosor de filme de fase estacionaria de 0,25 µm y gas de arrastre de helio
- IA: ingrediente activo
- K: línea fundamental de absorción de primer nivel para un elemento
- MeCN: acetonitrilo
- MR: material de referencia
- MTBSTFA: N-*tert*-butildimetilsilil-N-metiltrifluoroacetamida
- N/A: no aplica
- OXD5: oxazepam pentadeuterado
- PON: Procedimiento de Operación Normado
- PSA: absorbente de amina primaria y secundaria
- QuEChERS: técnica de extracción
- Raman: técnica espectrofotométrica por dispersión Raman
- rcf: fuerza centrífuga relativa o fuerza G
- rpm: revoluciones por minuto
- S/N: razón señal ruido
- SADCF: sistema de automatización del DCF
- SCD: solicitud de cambio documental
- SEM EDX: microscopía electrónica de barrido con detector de dispersión de rayos X
- TFE: tetrafeniletileno
- TMCS: trimetilclorosilano
- TMS: grupo acilo trimetilsilil
- tr: tiempo de retención
- UV: técnica espectrofotométrica de absorción ultravioleta.

COPIA NO CONTROLADA

13 Terminología:

Identificación: Corresponde a la interpretación del conjunto de los resultados del esquema analítico que permiten establecer la presencia, en la muestra cuestionada, de una sustancia química específica, incluida en el informe de validación de la metodología, luego de aplicar el procedimiento establecido, el esquema completo y de cumplirse todos los criterios de aceptación y rechazo para la muestra, para los controles negativos y para los controles positivos establecidos.

Detección: Corresponde al establecimiento de la presencia de una sustancia sin poder descartar ni confirmar su presencia debido al incumplimiento de algún aspecto analítico como, por ejemplo: que la sustancia no se encuentre en el alcance del informe de validación, que, aun siendo del alcance, al momento de realizar los análisis no se dispone de MR vigente en la secuencia, presencia de isómeros estructurales y otra razón. Antes de reportar una detección, el perito debe evaluar los resultados obtenidos cuidadosamente para evitar el reporte de falsos positivos.

14 Anexos:

No. De Anexo	Nombre del Anexo
01	Listado de sustancias que pueden ser identificados mediante la metodología QuEChERS - GC-MSD del presente PON
02	Preparación de materiales de referencia y disoluciones
03	Condiciones de los métodos de GC-MSD

COPIA NO CONTROLADA

Anexo Número 01

Listado de sustancias que pueden ser identificados mediante la metodología QuE-ChERS- GC-MSD del presente PON

Cuadro V: Listado de sustancias evaluadas mediante la metodología QuEChERS-GC-MSD del presente PON.

Grupos de sustancias	Sustancias incluidas en los informes de validación	Sustancias que no se detectan con la metodología de este PON
Escrutinio de plaguicidas:		
N-metilcarbamatos	oxamilo, carbofurán	aldicarb (no se detecta), metomilo (descompone en el GC)
organofosforados	diclorvós, mevinfós, tionazín, etoprofós, forato, dimetoato, terbufós, diazinón, metilclorpirifós, metilparatión, fenclorfós, malatión, clorpirifós, paratión, protiofós, etión, carbofenotión, metilazynfós, etilazynfós y coumafós	triclorfón (descompone en el GC)
organoclorados	quintozeno, α-endosulfán y β-endosulfán	N/A
piretroides	aletrina, resmetrina, tetrametrina, permetrina, ciflutrina, cipermetrina, deltametrina	N/A

Escrutinio por plaguicidas ácidos:		
fenoxiácidos	2,4-D; 2,4-DB; MCPA	N/A
otros	picloram	N/A

Escrutinio de drogas no derivatizables:			
Inductores del sueño	barbitúricos	butabarbital, amobarbital, fenobarbital**	N/A
	benzodiazepinas	diazepam, clobazam, midazolam, flunitrazepam, alprazolam, triazolam,	N/A
	antihistamínicos de primera generación	difenhidramina, clorfeniramina, bromfeniramina, prometazina, doxilamina	N/A
	Z-hipnóticos	zolpidem, zopiclona*, zaleplón	N/A
Otras drogas tóxicas		cafeína, metadona, cocaína, heroína, estricnina, propofol, ketamina, fenacetina, xilacina, amitriptilina, clomipramina, clorpromazina, procaína, fentanilo, haloperidol, hidrocodona y dronabinol (Δ9-THC)	nicotina (pobre recuperación) teobromina (insoluble)

Escrutinio de drogas derivatizables:			
Inductores del sueño	benzodiazepinas	lorazepam, clonazepam, oxazepam, nordiazepam, temazepam	N/A
	antihistamínicos de primera generación	hidroxicina	N/A
	otros	meprobamato, escopolamina, melatonina	N/A
Otras drogas tóxicas	drogas tóxicas	lidocaína, codeína, atropina, morfina, tramadol, fenitoína, oxicodona, LSD	N/A
	rodenticidas	coumatetralyl	N/A

** La zopiclona y el zolpidem presentan una alta inestabilidad en disolución, por lo que las preparaciones de muestras y controles positivos deben ser preparados e inyectados antes de 24 horas.*
*** Los barbitúricos presentan efecto memoria, por lo cual no es recomendarles incluirlos en el control positivo de rutina.*

COPIA NO CONTROLADA

Escrutinio por lacrimógenos		
lacrimógenos no derivatizables y piperina	*o*-clorobenzilidenomalononitrilo (gas CS), *ω*-cloroacetofenona (gas CN), piperina	N/A
Capsaicinoides derivatizables	capsaicina, dihidrocapsaicina, nonivamida, nordihidrocapsaicina	N/A

Escrutinio por análogos de fentanilo y otros opioides		
estupefacientes análogos de fentanilo	remifentanilo, para-fluoroisobutirilfentanilo (p-FIBF), acetilfentanilo, para-fluorofentanilo, orto-fluorofentanilo, (±)-trans-3-metil fentanilo, alfa-metilacetilfentanilo, tiofentanilo, (±)-trans-3-metil tiofentanilo, alfa-metilfentanilo, (±)-cis-3-metilotiofentanilo, butirilfentanilo, alpha-metiltiofentanilo, sufentanilo, ocfentanilo, metoxiacetilfentanilo, ciclopropilfentanilo, crotonilfentanilo, valerilfentanilo, alfentanilo, furanilfentanilo, tetrahidrofuranilfentanilo	ácido remifentanílico, beta-hidroxifentanilo
estupefacientes opioides	2-metil AP-237 (2-metil buccinazina), U-47700, MT-45 (IC 6) 1-ciclohexil-4-(1,2-difeniletil)piperazina, brorphina	N/A
nitazenos	metonitazeno, etonitazeno, isotonitazeno	N/A
precursores	NPP (N-Penetil-4-piperidone), norfentanilo, 4-Anilino-1-Boc-piperidina (4-ANBocP), 4-anilino-N-penetilpiperidina (4-ANPP, despropionilfentanilo)	4-anilinopiperidina

COPIA NO CONTROLADA

Anexo Número 02

Preparación de materiales de referencia y disoluciones

Preparación de la disolución madre individual de cada uno de los analitos a incluir como controles positivos en el método GC-MSD, 2,00 mg/mL:

Prepare las disoluciones madre como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente.

Nota No. 64: La mayoría de los plaguicidas y las drogas se disuelven bien en acetonitrilo o en metanol. En el caso de los plaguicidas piretroides y organoclorados se utiliza tolueno como disolvente. Para los fenoxiácidos se utiliza metanol. En el caso de los lacrimógenos se preparan en acetato de etilo.

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

Preparación de la disolución madre de antraceno o tetrafeniletileno, 2,00 mg/mL:

Prepare las disoluciones madre como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente, 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.

Preparación de la disolución madre de prazepam, 2,00 mg/mL:

Prepare las disoluciones madre como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente, utilizando acetonitrilo como disolvente.

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

Preparación de la disolución intermedia:

Prepare una disolución intermedia por cada grupo de analitos o escrutinio a realizar:

- Plaguicidas (N-metilcarbamatos, organofosforados, organoclorados y piretroides
- Drogas tóxicas e inductores del sueño derivatizables
- Drogas tóxicas e inductores del sueño no derivatizables
- Fenoxiácidos
- Lacrimógenos derivatizables y no derivatizables

Incluya, como recomendación, en cada disolución intermedia al menos 5 analitos, de tiempo de retención que cubra todo el ámbito cromatográfico y al menos un representante de cada familia (la clasificación en familias se establece en el Anexo 01). La selección puede variar según lo solicitado por la Autoridad Judicial. Al seleccionar los analitos a incluir en una disolución intermedia tener presente las coeluciones descritas en el siguiente cuadro. Si en un caso

COPIA NO CONTROLADA

particular se requiere la determinación de un único analito, puede incluirse únicamente éste en la disolución intermedia.

Utilice el formulario "Evaluación de secuencia por GC-MSD", para calcular las alícuotas a tomar de cada disolución madre y volumen final de la preparación de la disolución intermedia.

Cuadro III: Coelución de algunos analitos:

Disolución intermedia	Coelución de analitos
Disolución intermedia de plaguicidas	clorpirifós coeluye con paratión etilparatión coeluye con metilclorpirifós dimetoato coeluye con carbofurán disulfotón coeluye con antraceno, utilizar tetrafeniletileno
Disolución intermedia de drogas derivatizables	codeína-TMS coeluye con tetrafeniletileno, utilizar antraceno clonazepam-TMS coeluye con prazepam, se separan espectralmente fenitoína 2TMS y atropina TMS
Disolución intermedia de drogas no derivatizables	ketamina coeluye con difenhidramina cocaína coeluye con amitriptilina diazepam coeluye con tetrafeniletileno, utilizar antraceno hidrocodona coeluye con Δ9-THC alprazolam coeluye con haloperidol

Todas las disoluciones intermedias se preparan en acetonitrilo, con excepción de los lacrimógenos que se utiliza acetato de etilo.

Rotule con el número de trazabilidad y almacene en viales sililizados, en congelación < -18 °C.

Preparación de la disolución intermedia de TFE 0,150 mg/mL en acetonitrilo o acetato de etilo:

Para la preparación de esta disolución siga lo indicado en el formulario "Evaluación de secuencias en GC-MSD" en la hoja "preparación de disoluciones". Tape y agite por 1 min.

Rotule con número de reactivo crítico y el número de trazabilidad y almacene, en refrigeración entre 2 °C - 8 °C.

Preparación de la disolución intermedia de ANT 0,100 mg/mL:

Para la preparación de esta disolución siga lo indicado en el "Evaluación de secuencias en GC-MSD" en la hoja "preparación de disoluciones". Tape y agite por 1 min.

Rotule con número de reactivo crítico y el número de trazabilidad y almacene, en refrigeración entre 2 °C - 8 °C.

Preparación de la disolución intermedia de oxazepam-D_5 0,025 mg/mL:

Para la preparación de esta disolución siga lo indicado en el formulario "Evaluación de secuencias en GC-MSD" en la hoja "preparación de disoluciones". Tape y agite por 1 min.

Rotule con número de reactivo crítico y el número de trazabilidad y almacene, en congelación < -18 °C.

COPIA NO CONTROLADA

Preparación de la disolución intermedia de prazepam 0,200 mg/mL:

Para la preparación de esta disolución siga lo indicado en el formulario "Evaluación de secuencias en GC-MSD" en la hoja "preparación de disoluciones". Tape y agite por 1 min.

Rotule con número de reactivo crítico y el número de trazabilidad y almacene, en congelación < -18 °C.

Preparación de la disolución de trabajo niveles de calibración:

Calcule la alícuota a dispensar, para cada nivel de calibración a preparar, a partir de la disolución intermedia seleccionada. Para esto complete en el formulario "Evaluación de secuencias en GC-MSD" en la hoja "preparación de disoluciones", el dato del volumen final de la preparación de niveles de calibración (normalmente 1000 uL).

De acuerdo con cada nivel a preparar, pipetee en un vial ámbar de 2 mL el volumen correspondiente de acetonitrilo o acetato de etilo según corresponda, el volumen que se indica en la columna "Alícuota" y 50,0 uL de la disolución intermedia del estándar interno correspondiente. Tape y agite por 30 s.

Rotule como se indica en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente. Normalmente estas disoluciones se preparan para ser utilizadas inmediatamente y luego se descartan.

Para los niveles de calibración de los controles positivos que no llevan derivatización se puede inyectar directamente. Si lleva derivatización proceda como se indica a partir del punto 7.4.8.

Nota No. 65: El tiempo de preservación de las disoluciones madre e intermedias es el indicado en el PON de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente.

Preparación de la mezcla de absorbentes 19 +1:

Mida en un recipiente una cantidad proporcional a 19,0 g de sulfato de magnesio anhidro y 1,0 g de GCB. Homogenice la mezcla manualmente hasta lograr una uniformidad en la coloración.

Preparación de la mezcla de absorbentes 59 +1:

Mida en un recipiente una cantidad proporcional a 59,0 g de sulfato de magnesio anhidro y 1,0 g de GCB. Homogenice la mezcla manualmente hasta lograr una uniformidad en la coloración.

Preparación de los reactivos para el ensayo de color de Morris

a) **Reactivo 1 para el ensayo de Morris** (NaOH al 0,1 N): Mida en un recipiente una cantidad aproximada de 0,12 g de NaOH en pellets y disuelva en 30 mL de agua desionizada.

b) Reactivo 2 para el ensayo de Morris (tiocianato de cobalto 2%)
c) Mida en un recipiente una cantidad aproximada de 0,60 g de tiocianato de cobalto y disuelva en 30 mL de agua desionizada.

COPIA NO CONTROLADA

Preparación de los reactivos para el ensayo de color de ditionito de sodio

a) **Disolución NaOH 3,0 M**: Mida aprox. 12 g de hidróxido de sodio y disuelva en 100 mL de agua destilada.

b) **Disolución de ditionito de sodio 1% en NaOH 1,0 M**: Mida aprox. 4,0 g de hidróxido de sodio y disuelva en 100 mL de agua desionizada. Agregue a la disolución anterior aprox. 1,0 g de ditionito de sodio y disuelva. Prepare y utilice fresco. No utilizar esta disolución luego de 3 horas. Descarte el sobrante.

Preparación de reactivos y materiales de referencia para determinación de cianuro.

a. **Nitrato de plata concentración 0,5 M:** mida aprox. 3,4 g de nitrato de plata y disuelva en aprox. 20 mL de agua destilada o desionizada, agite suavemente y lleve hasta un volumen final de 40 mL.

b. **Cianuro de sodio concentración 0,1 M:** mida aprox. 0,20 g de cianuro de sodio y disuelva en aprox. 20 mL de agua destilada o desionizada, agite suavemente y lleve hasta un volumen final de 40 mL.

c. **Cianuro de potasio concentración 0,1 M:** mida aprox. 0,26 g de cianuro de potasio y disuelva en aprox. 20 mL de agua destilada o desionizada, agite suavemente y lleve hasta un volumen final de 40 mL.

Preparación de reactivos para la determinación de 2,4-D

a) **Disolución NaOH 1,0 M**: mida aprox. 0,4 g de hidróxido de sodio y disuelva en 10 mL de agua desionizada.

Preparación de los reactivos para el ensayo de color de cloruros

a) **Ácido nítrico 3M**: Mida 8,6 mL de ácido nítrico concentrado, diluya sobre 20 mL de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 40 mL

b) **Nitrato de plata 0,1 M**: Mida 0,68 g de nitrato de palta y disuelva en 20 mL de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 40 mL.

c) **Ácido nítrico 50 %:** tome 36 mL de ácido nítrico concentrado y agregue en agua hasta un volumen de 50 mL.

d) **Ácido clorhídrico 1,0 M**: tome 8,3 mL de ácido clorhídrico concentrado y agregue en agua hasta un volumen de 100 mL.

COPIA NO CONTROLADA

Anexo Número 03

Condiciones de los métodos de GC-MSD

Verifique que la configuración de la columna esté seleccionada la columna correcta con los resultados correspondientes a la última calibración.

Cuadro IV: Condiciones del cromatógrafo de gases:

Nombre del método	**P-DCF-ECT-QUI-053 plaguicidas y P-DCF-ECT-QUI-053 drogas**	**P-DCF-ECT-QUI-053 drogas TMS**	**P-DCF-ECT-QUI-053 fenoxiácidos**	**P-DCF-ECT-QUI-053 lacrimógenos**	**P-DCF-ECT-QUI-053 analog fentanilo RTL**
Volumen inyección	1 uL, "Sample Depth" – "Enable 5 mm"				1 uL, "Sample Depth" – "Enable 5 mm"
Temperatura del inyector	250 °C				250 °C
Flujo de purga del septum	3 mL/min, modo estándar				3 mL/min, modo estándar
Modo inyección	splitless pulsado Presión del pulso de inyección: 25 psi hasta 0,5 min, un flujo de purga hacia el Split vent de 60 mL/min al 1 min Ahorro de gas, "On" en 16,4 mL/min después de 3 min			splitless un flujo de purga hacia el Split vent de 60 mL/min a 2 min Ahorro de gas, "On" en 16,4 mL/min después de 4 min	Splitless pulsado Presión del pulso de inyección: 25 psi hasta 0,5 min, un flujo de purga hacia el Split vent de 60 mL/min al 1 min Ahorro de gas, "On" en 16,4 mL/min después de 3 min
columna	Agilent 19091S-433UI, HP-5MS Ultra inert, 30 m x 250 um x 0,25 um				
Flujo de la columna	Modo: "rampa de flujo" 1,3 mL/min por 12,5 min, luego a una tasa de 1,0 mL/min hasta 1,5 mL/min por 3,3 min y luego a una tasa de 1,0 mL/min hasta 1,7 mL/min por 5,8 min. El flujo post corrida en 1,7 mL/min.			Modo: "flujo constante" 1mL/min	Modo: "flujo constante" Flujo nominal de 1,6 mL/min en bloqueo del tiempo de retención (Retention Time Locking - RTL) para un tiempo de retención de 12,09 min para el tetrafeniletileno
Horno	70,0 °C por 2,0 min, luego a una tasa de 20 °C/min hasta 280°C por 3,5 min, luego a una tasa de 40 °C/min hasta 300°C por 5,5 min. Temperatura post corrida 300 °C por 1 min.			60,0 °C por 2,0 min, luego a una tasa de 35 °C/min hasta 260°C por 7,0 min, luego a una tasa de 40 °C/min hasta 300°C por 4,3 min. Temperatura post corrida 300 °C por 1 min.	70,0 °C por 1,0 min, luego a una tasa de 20 °C/min hasta 280°C por 3,5 min, luego a una tasa de 40 °C/min hasta 300°C por 6,5 min. Para la detección de sustancias más retenidas se puede aumentar el tiempo final 3 o 5 min más. Temperatura post corrida 300 °C por 1 min.
Temperatura interfase:	280 °C				280 °C

COPIA NO CONTROLADA

Nota No. 66: El tiempo final de la corrida puede variarse en caso de que la inyección tenga sustancias poco o muy retenidas.

Cuadro V: Condiciones del espectrómetro de masas:

Nombre del método	P-DCF-ECT-QUI-053 plaguicidas P-DCF-ECT-QUI-053 drogas	P-DCF-ECT-QUI-053 drogas TMS	P-DCF-ECT-QUI-053 plaguicidas BDMS
Temperatura de la fuente de iones	280 °C		
Temperatura del cuadrupolo	150 °C		
Corte del disolvente	3,5 min	4,5 min	7,00 min
Configuración del electromultiplicador (EM)	Factor de ganancia: 1,000 "EM Saver" desactivado		
Modo de adquisición	SCAN	SIM y SCAN	

Segmentos de tiempo de scan	Igual para todos los métodos						
	tr/min	**Ámbito de masas**	**Umbral**	**Velocidad de escaneo**	**Frecuencia (escaneos/s)**	**Tiempo de ciclo**	**Tamaño del paso**
	Según el corte	44.00 – 460.00	150	1.562[N=2]	3,5	288,85 ms	0,1 m/z
	11.41	44.00 – 565.00	150	1.562[N=2]	2,8	256,06 ms	0,1 m/z

Nombre del método	P-DCF-ECT-QUI-053 lacrimógenos
Temperatura de la fuente de iones	280 °C
Temperatura del cuadrupolo	150 °C
Corte del disolvente	5,00 min
Configuración del electromultiplicador (EM)	Factor de ganancia: 1,000 "EM Saver" desactivado
Tipo de adquisición	SIM y SCAN

Segmentos de tiempos de scan							
	tr/min	**Ámbito de masas**	**Umbral**	**Velocidad de escaneo**	**Frecuencia (escaneos/s)**	**Tiempo de ciclo**	**Tamaño del paso**
	5,00	48.00 – 480.00	150	1.562[N=2]	3,3	299,11 ms	0,1 m/z

Nombre del método	**P-DCF-ECT-QUI-053 analog fentanilo RTL**
Temperatura de la fuente de iones	280 °C
Temperatura del cuadrupolo	150 °C
Corte del disolvente	3,5 min
Configuración del electromultiplicador (EM)	Factor de ganancia: 1,000 "EM Saver" desactivado
Tipo de adquisición	Full SCAN

COPIA NO CONTROLADA

Segmentos de tiempos de scan	tr/min	Ámbito de masas	Umbral	Velocidad de esca-neo	Frecuencia (escaneos/s)	Tiempo de ciclo	Tamaño del paso
	3,5	40,00 – 600,00	150	1.562[N=2]	2,6	381,02 ms	0,1 m/z

Nota No. 67: Los segmentos de tiempo y los iones en SIM se encuentran definidos en cada método de adquisición. Deben ser verificados con la corrida de los controles positivos, lo que puede requerir del ajuste de los tiempos de los segmentos. Los iones en SIM para cada analito se encuentra definidos en el respectivo informe de validación.

Nota No. 68: Los iones de adquisición y/o evaluación para los estándares internos son:

- antraceno: 178,10 m/z (base) y 152,10 m/z (calificador);
- tetrafeniletileno: 332,25 m/z (base) y 253,15 m/z (calificador) y
- oxazepam-D_5: 406,20 m/z (base) y 436,20 m/z (calificador).
- prazepam: 269,10 m/z (base) y 295,10 m/z (calificador), 324,10 m/z (calificador).

COPIA NO CONTROLADA