	DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA **Determinación de Tinte de seguridad bancaria por SPE/GC-MSD y ATR-FTIR**	PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO **P-DCF-ECT-QUI-064**
VERSION: 04	Rige desde: 15/11/2024	PAGINA: 1 de 12

Elaborado o modificado por: **Manuel Oreamuno Zepeda, M Sc** **Perito Judicial 2**	**Visto Bueno Encargado de Calidad:** **Jorge Cartín Elizondo, M Sc** **Encargado sustituto de Calidad**
	Revisado por Líder Técnico: **Jorge Cartín Elizondo, M Sc** **Líder Técnico Unidad QTV**
Aprobado por: **Manuel Oreamuno Zepeda, M Sc** **Jefatura, 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	15/01/2018	15/11/2018	Versión Inicial del Procedimiento	01-18	PFM
02	15/11/2018	03/08/2021	Inclusión de mejoras luego de atender el estudio interlaboratorio de 2018	14-18	PFM
03	03/08/2021	15/11/2024	Se actualiza lo correspondiente al Procedimiento de Gestión de Casos de QTV, se incorpora estándar interno, y mejoras incorporadas en el adendum al informe de validación	13-21	PFM
04	15/11/2024		Revisión trianual / recomendaciones de Auditoría interna en Sección sobre materiales y reactivos	06-24	MOZ

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

COPIA NO CONTROLADA

1 Objetivo:

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

2 Alcance:

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

La determinación de gas CS debe seguir el "Procedimiento para el Escrutinio de drogas, sustancias tóxicas e irritantes en muestras diversas", vigente.

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

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

COPIA NO CONTROLADA

3 Referencias:

3.1 Validación de la metodología para la determinación cualitativa de N-(metilamino)antraquinona (MAAQ) en tela de punto de algodón dopada, por SPE/GC-MSD y para la determinación cualitativa de N-(metilamino)antraquinona por ATR/FTIR, Informe de validación 008-QUI-VAL-(2)-2017.

3.2 Adendum al Informe de Validación 008-QUI-VAL-(2)-2017, Informe de validación 019-QUI-VAL-2021.

4 Equipos y Materiales:

4.1 Equipo instrumental:

- Balanza analítica (rango de 0,0001 g a 200 g; menor división 0,0001 g) o similar
- Balanza granataria (rango de 0,01 g a 500 g; menor división 0,01 g) o similar
- Centrífuga para tubos, con temporizador
- 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
- Equipo de extracción de fase sólida Supelco SU57250-U o similar
- Espectrómetro ATR-FTIR Nicolet Is5 con accesorio iD7ATR
- Evaporador / concentrador de nitrógeno o similar
- Vortex estándar con regulador de la intensidad de agitación o similar

Nota N° 1: La verificación y condiciones o parámetros de adquisición de resultados con 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.

4.2 Materiales y Cristalería:

- Clips metálicos nuevos
- Cotonetes (torundas o aplicadores) de algodón
- Espátulas de acero inoxidables, reutilizables
- Filtros de membrana de nylon de 0,45 µm x 3 mm o similar
- Formulario de Sección "Evaluación de secuencia por GC-MSD" código P-DCF-ECT-QUI-034-R1
- Formulario de Sección "hoja de control por GC-MSD" código P-DCF-ECT-QUI-034-R03
- Formulario de Sección "Evaluación de resultados por ATR-FTIR y Raman" código P-DCF-ECT-QUI-034-R2
- Guantes descartables de nitrilo o similar.
- Lámpara de luz ultravioleta de onda corta y larga
- Pinzas de acero inoxidable, reutilizables
- Pipetas automáticas de 20 µl a 200 µl, de 100 a 1000 µl, de 1 a 5 ml o similar
- Tijeras de metal para tela, reutilizables
- Tubos de extracción de PP, cónicos de 50 ml con tapa rosca o similar
- Tubos de extracción, de vidrio fondo redondo, de 5 ml con tapa rosca o similar, reutilizables
- Tubos preempacados para spe, clean screen® de 10 ml de capacidad y soporte de 200 mg tipo CSDAU ácido octilbencilsulfónico, ZCCDAU020, desechables
- Viales de 1,5 ml para el automuestreador del cromatógrafo
- Viales de 4,0 ml ámbar

Nota N° 2: La cristalería u otros materiales reutilizables deben 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:

- acetona grado reactivo
- acetato de etilo, grado cromatográfico
- ácido fosfórico concentrado, grado reactivo
- agua desionizada tipo 2 o destilada
- buffer 100 mm de fosfato, pH 6 (ver Anexo 1).
- disolución de H_3PO_4 3M(ver Anexo 1)
- disolución de NaOH 3M (ver Anexo 1)
- fosfato dibásico de sodio (NA_2HPO_4), grado reactivo.
- fosfato monobásico de sodio (NaH_2PO_4), grado reactivo.
- hexano, grado cromatográfico
- hidróxido de sodio en pellets, grado reactivo
- metanol, grado cromatográfico
- tolueno, grado cromatográfico

Nota N° 3: 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.

5.2 Materiales de referencia:

- material de referencia de 1-amino,2-metilantraquinona (AMAQ)
- material de referencia de 1-(N-metilamino)antraquinona (MAAQ)
- material de referencia de tetrafeniletileno (TFE)
- disolución madre de AMAQ en acetato de etilo, 2,00 mg/mL (Ver preparación en Anexo 01)
- disolución madre de MAAQ en acetato de etilo, 1,00 mg/ml en acetato de etilo (Ver preparación en anexo 01)
- disolución madre de TFE en tolueno, 2,00 mg/mL (Ver preparación en Anexo 01)
- disolución intermedia de trabajo de AMAQ en acetato de etilo 0,100 mg/mL en acetato de etilo (Ver preparación en Anexo 01)
- disolución intermedia de TFE en acetato de etilo 0,150 mg/mL (Ver preparación en Anexo 02)
- material textil de algodón color blanco o similar

Nota N° 4: La verificación al momento de la apertura y verificación intermedia, de los materiales de referencia se realiza como se establece en el Procedimiento de Gestión de Casos de la 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".

COPIA NO CONTROLADA

7 Procedimiento:

Nota N° 5: ADVERTENCIA: Debe tener cuidado al manipular el material de referencia de MAAQ, los controles y los indicios para evitar la contaminación cruzada entre ellos, pues la MAAQ es un tinte con mucho poder de adherencia y transferencia. Es imprescindible el descarte de guantes desechables y además del lavado con acetona de espátulas, pinzas y tijeras entre la manipulación de las muestras.

7.1 Determinación de MAAQ por ATR/FTIR:

Nota N° 6: La determinación por ATR/FTIR aplica únicamente en sólidos en polvo de tono rojo directos o extractos que los generen, por ejemplo, un extracto en acetato de etilo de una prenda muy impregnada.

7.1.1 Mida el sólido en polvo (de la muestra cuestionada o generado del extracto en acetato de etilo) y el material de referencia en el ATR/FTIR siguiendo el PON respectivo de manejo y uso del equipo.

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

7.1.3 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: 3298 cm^{-1}; 1668 cm^{-1}; 1505 cm^{-1}; 1179 cm^{-1} y 985 cm^{-1}, los cuales están establecidas en el "Formulario Evaluación de Resultados por ATR/FTIR y Raman".

7.1.4 Complete el formulario "Evaluación de Resultados por ATR/FTIR y Raman" e incorpore al legajo del caso.

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

7.1.6 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.

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

7.2 Determinación de MAAQ por SPE/GC-MSD:

7.2.1 Controles y materiales de referencia mínimos:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

COPIA NO CONTROLADA

7.2.2.3 Para materiales textiles: Realice la selección de muestra cómo se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, versión vigente, apartado 7.9. Recorte de cada zona seleccionada un trozo de 1 cm² a 3 cm² que incluyan las manchas de interés y coloque en tubos de extracción de PP de 50 mL.

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

Nota N° 7: No recorte los billetes pues son artículos de valor y deben ser devuelto a la Autoridad Judicial, posterior al análisis.

Nota N° 8: En caso de recibirse un indicio compuesto por una cantidad grande de billetes de una misma denominación se puede realizar un muestreo de las unidades, empleando una selección de muestra de los billetes que presenten manchas o de éstos los que presenten mayor cantidad de manchas.

7.2.2.5 Para soportes no trozables (por ejemplo, un bolso de cuero): Realice la selección de muestra para las manchas ubicadas como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, versión vigente, apartado 7.9. Frote un cotonete de algodón humedecido con acetato de etilo cada zona con manchas seleccionada. Coloque cada cotonete dentro de un tubo de extracción de PP de 50 mL. Otra opción es con la ayuda de una hoja de bisturí raspar la superficie recolectando el raspado en un tubo de extracción de 50 mL.

Nota N° 9: Si no se transfiere color al cotonete no es requerido realizar pruebas adicionales.

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

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

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

Nota N° 10: La disolución del control positivo de extracción debe tornarse de un tono rojo a rosado. La intensidad del color en el control positivo es un indicativo cualitativo de referencia para valorar si el extracto de una muestra cuestionada está muy concentrado o diluido. La ausencia de una tonalidad roja a rosada en una muestra cuestionada puede ser indicativo de la ausencia de MAAQ o que no se ha tomado suficiente muestra cuestionada.

Nota N° 11: Una disolución muy coloreada, se puede concentrar en el evaporador de nitrógeno y el sólido rojo resultante se puede analizar por ATR/FTIR como se indica en 7.1.

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

a) Si la muestra cuestionada está muy concentrada diluya con acetato de etilo o continúe con una alícuota.

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

Nota N° 12: A partir de este paso se debe tener las preparaciones en tubos cónicos de 50 mL del control positivo y las preparaciones iniciales de las muestras cuestionadas de una tonalidad

COPIA NO CONTROLADA

uniforme. Además de el o los blancos de reactivos y de el o los controles adicionales (estos últimos cuando es posible).

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

7.2.3.4 Evapore a sequedad en el evaporador de N_2 con el baño a aprox. 40 °C y un flujo < 1,2 mL/min.

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

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

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

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

7.2.4 Extracción en Fase Sólida:

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

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

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

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

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

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

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

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

Nota N° 13: El secado del soporte de los tubos es fundamental para la elusión de los analitos.

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

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

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

7.2.5 Determinación por GC-MSD

7.2.5.1 Limpie la jeringa con acetato de etilo.

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

COPIA NO CONTROLADA

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

7.2.5.4 Prepare la secuencia de inyección como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, versión vigente.

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

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

7.2.5.7 Evalúe los resultados del blanco de arrastre, cada blanco de reactivos, cada control adicional, cada blanco instrumental antes de cada muestra y cada muestra cuestionada como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, versión vigente.

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

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

Nota N° No. 14: Los controles adicionales de muestra se incorporan junto con las muestras cuestionada en el caso correspondiente.

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

COPIA NO CONTROLADA

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

8.1 Criterios de identificación por FTIR-ATR:

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

8.2 Criterios de identificación por GC-MSD:

Ver los criterios de aceptación o rechazo de resultados en el Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, versión vigente apartado 8 Cuadro XII secciones C.1 hasta C.5.

Adicionalmente, en caso de que no se cumplan los criterios de aceptación de la preparación de una muestra, por ejemplo, por encontrarse ésta muy concentrada, reporte como resultado no concluyente. Seguidamente diluya la preparación para GC-MSD con acetato de etilo. Adicione el estándar interno correspondiente como se indica en 7.2.4.9. Registre la dilución aplicada en el SADCF y repita la determinación por GC/MS (Ver 7.2.5). Si no se cumplen los criterios por encontrarse muy diluida, repita con mayor cantidad de muestra.

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

Este procedimiento no involucra cálculos ni evaluación de incertidumbre.

10 Reporte de Análisis y Resultados:

Los esquemas analíticos que se consideran confirmatorios son los siguientes:

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

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.

COPIA NO CONTROLADA

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

Ver Procedimiento de Gestión de casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente, apartado 11.

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

12 Simbología:

AMAQ: 1-amino-2-metilantraquinona
Aprox.: aproximadamente
ATR-FTIR: espectrometría infrarroja con portamuestra de reflectancia total atenuada
Gas CS: *o*-clorobenzilidenomalononitrilo
GC-MSD: cromatógrafo gas líquido con detector selectivo de masas
MAAQ: 1-(N-metilamino)antraquinona
SCD: solicitud de cambio documental
SPE: técnica de extracción en fase sólida
TFE: tetrafeniletileno

13 Terminología:

No aplica

14 Anexos:

No. de Anexo	Nombre del Anexo
01	Preparación de reactivos y materiales de referencia
02	Condiciones del método "P-DCF-ECT-QUI-064 MAAQ.m"

Anexo No. 01

Preparación de reactivos y materiales de referencia

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

Prepare cada disolución madre como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, versión vigente, utilizando acetato de etilo como disolvente.

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

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

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

Prepare la disolución madre como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas, versión 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.

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

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

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

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

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

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

COPIA NO CONTROLADA

Anexo No. 02

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

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

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

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

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

Segmentos de tiempo para programación SCAN

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

Segmentos de tiempo para programación SIM

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

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

COPIA NO CONTROLADA