MINISTERIO DE SALUD
INSTITUTO NACIONAL DE SALUD

Técnicas analíticas instrumentales para la identificación de xenobióticos

Tóx. Aurora Huamolle Barreto
ahuamolle@ins.gob.pe
INS- CENSOPAS
DEIPCROA-Laboratorio Químico Toxicológico

Introducción:

- Los Xenobióticos se pueden determinar mediante técnicas instrumentales, los cuales incluyen diversos analitos y sus respectivos metabolitos. Estos pueden ser: metales, drogas de abuso, plaguicidas, solventes orgánicos, entre otros.

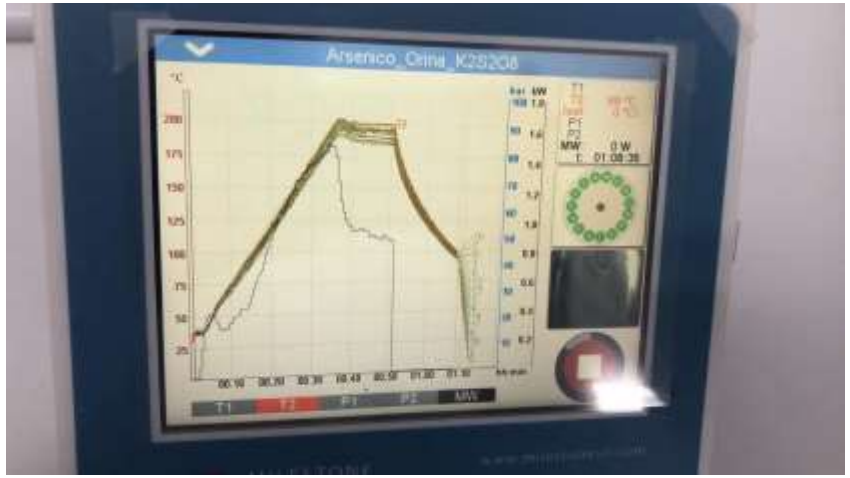
Metodologías del Laboratorio Químico Toxicológico:

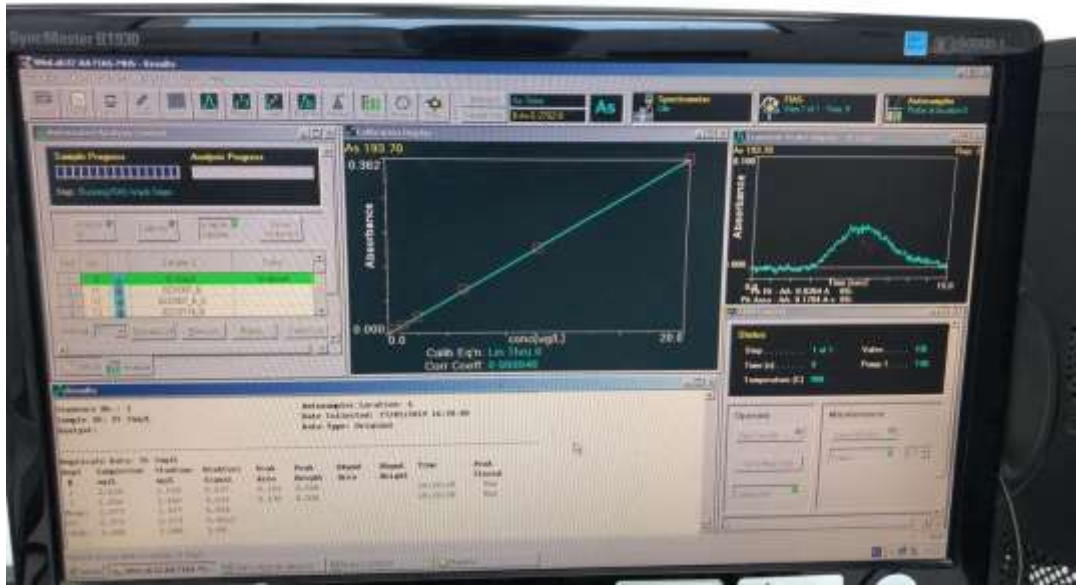
ANALITOS	MATRIZ	METODOLOGÍA
PLOMO	SANGRE	Espectrofotometría de absorción atómica por horno de grafito
ARSÉNICO TOTAL	ORINA	Espectrofotometría de absorción atómica por generador de hidruros / Espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente ICP-MS
MERCURIO INORGÁNICO	ORINA	Espectrofotometría de absorción atómica por generador de hidruros
CADMIO	ORINA	Espectrofotometría de absorción atómica por horno de grafito
COBRE	SUERO	Espectrofotometría de absorción atómica por flama
ZINC	SUERO	Espectrofotometría de absorción atómica por flama
BARIO	ORINA	Espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente ICP-MS

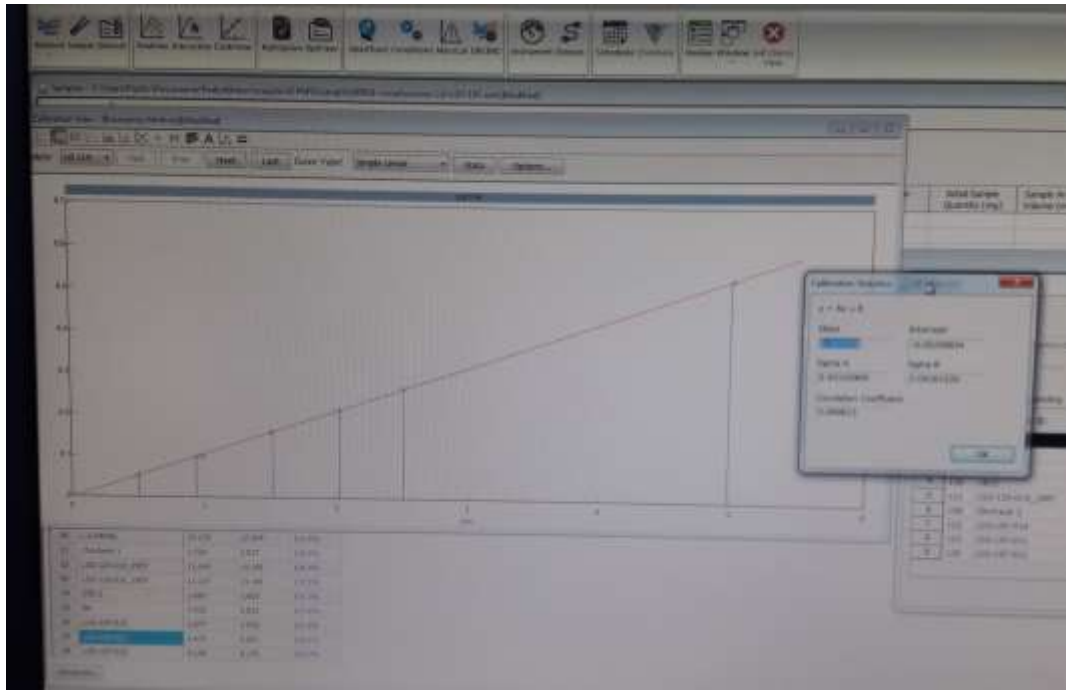
Fundamento de metodologías:

AAS: Absorción de radiación de una determinada longitud de onda.

ICP-MS: Generación de iones, que serán separados y detectados por el espectrómetro de masas.

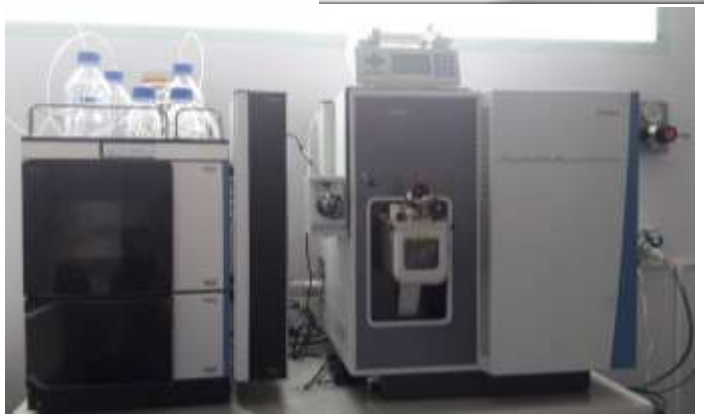

Arsenico_Orina_K2S2O8

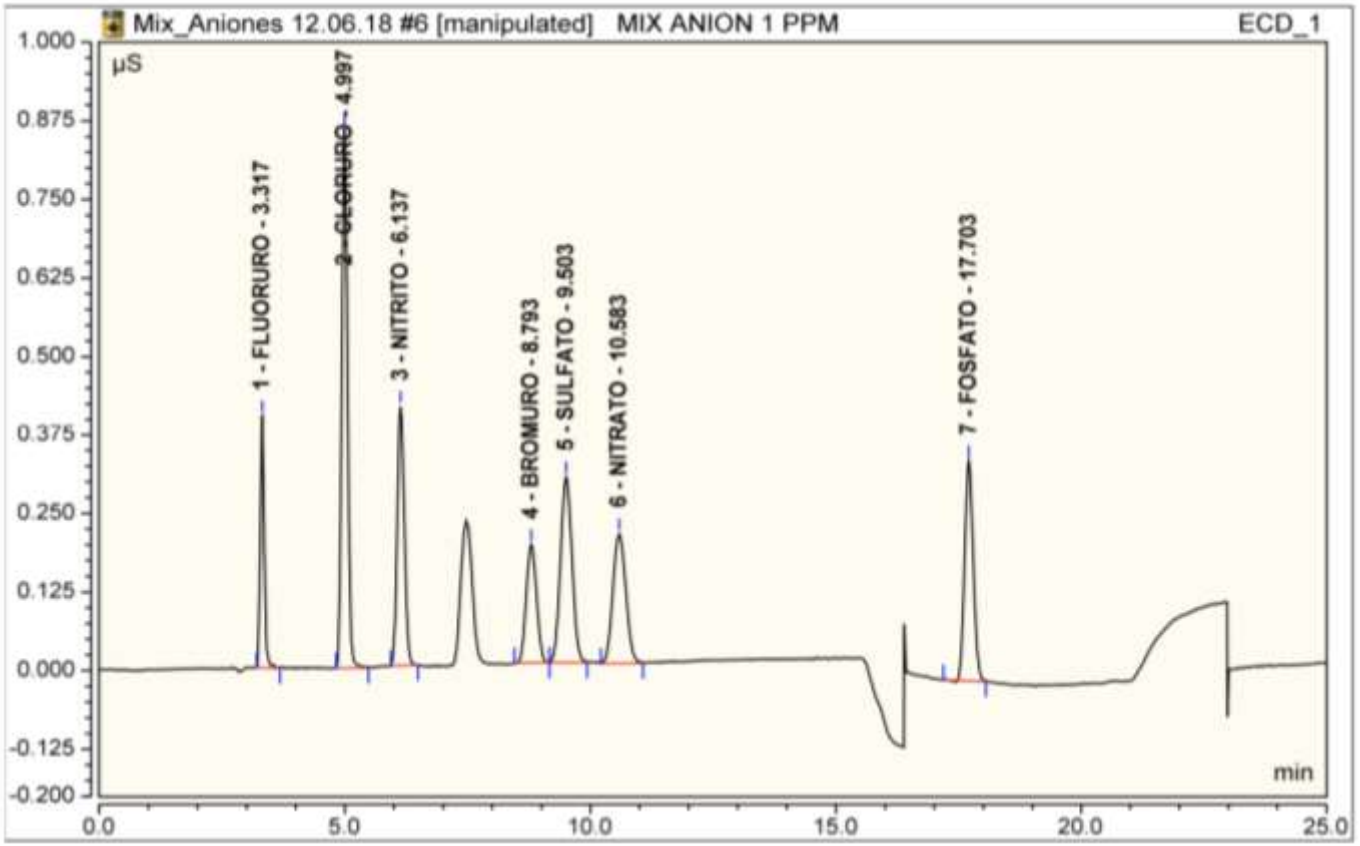




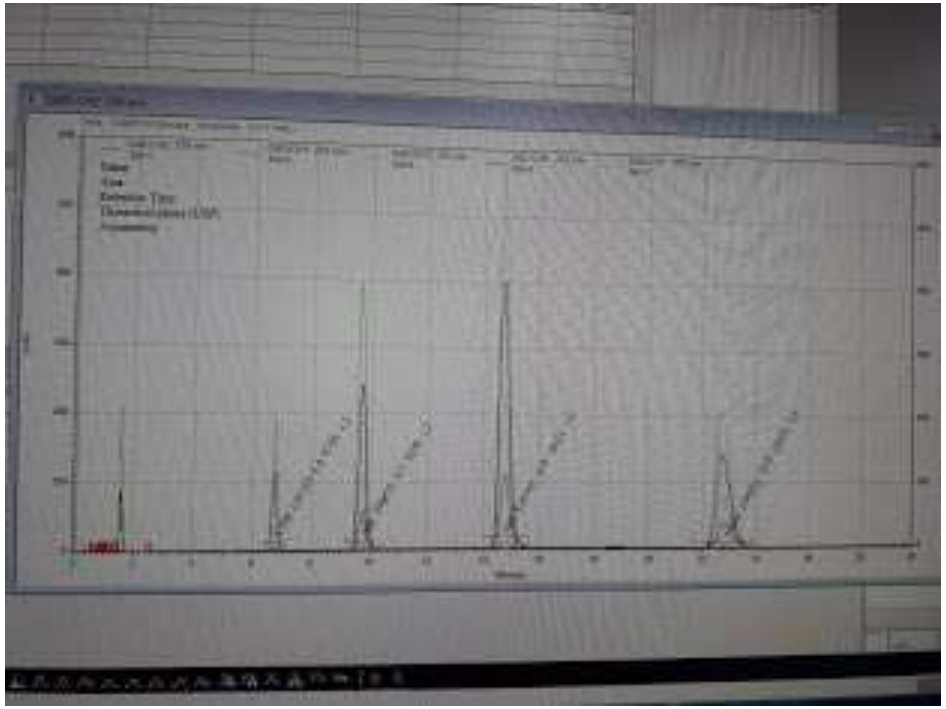
Metodologías por Implementar:

ANALITOS	MATRIZ	EQUIPOS INSTRUMENTALES
ESPECIES ANIÓNICAS (Fluoruro, Cloruro, Bromuro, Nitrato, Nitrito, Sulfato y Fosfato)	AMBIENTAL	Cromatografía Iónica
PLAGUICIDAS ORGANOFOSFORADOS	BIOLÓGICA	HPLC, UHPLC/MS-MS y GC-MS
PLAGUICIDAS ORGANOCLORADOS	BIOLÓGICA	GC-MS
PLAGUICIDAS CARBAMATOS	BIOLÓGICA	HPLC, UHPLC/MS-MS
BTEX	BIOLÓGICA	Cromatógrafo de gases
ÁCIDO T,T-MUCÓNICO, ÁCIDO MANDÉLICO, ÁCIDO S-FENILMERCAPTÚRICO, ÁCIDO METIL HIPÚRICO, ÁCIDO FENILGLIOXÍLICO, ÁCIDO S-BENZILMERCAPTÚRICO	BIOLÓGICA	HPLC, UHPLC/MS-MS





No.	Time min	Peak Name	Asymm (USP)	Height µS	Resol. (USP)	Area µS*min	Rel.Area %	Plates (USP)	Amount ppm
1	3.317	FLUORURO	1.13	0.402	9.507	0.038	7.87	8456	1.0429
2	4.997	CLORURO	1.08	0.860	4.860	0.114	23.97	9130	1.0500
3	6.137	NITRITO	1.09	0.413	8.263	0.068	14.23	8913	1.0231
4	8.793	BROMURO	1.07	0.188	1.753	0.045	9.45	8432	1.0249
5	9.503	SULFATO	1.08	0.295	2.380	0.080	16.69	7918	1.0316
6	10.583	NITRATO	1.09	0.206	17.735	0.063	13.10	7765	1.1044
7	17.703	FOSFATO	1.11	0.350	n.a.	0.070	14.71	48212	1.0651
		AVERAGE:	1.094	0.387	7.416	0.068	14.	14,118.	1.049



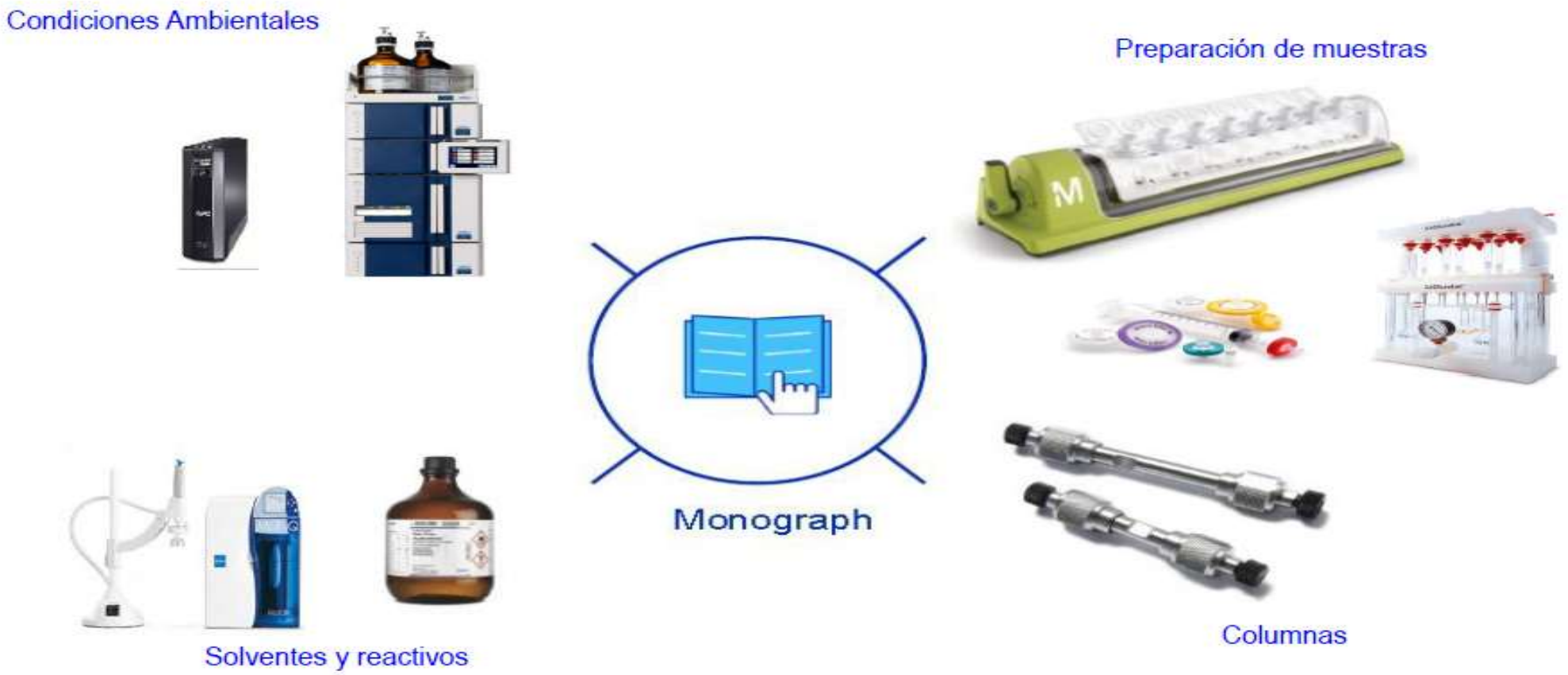
Consideraciones del tratamiento de muestras:

Filtrar las fases móviles

Sonicar para adecuada disolución

Filtrar las muestras

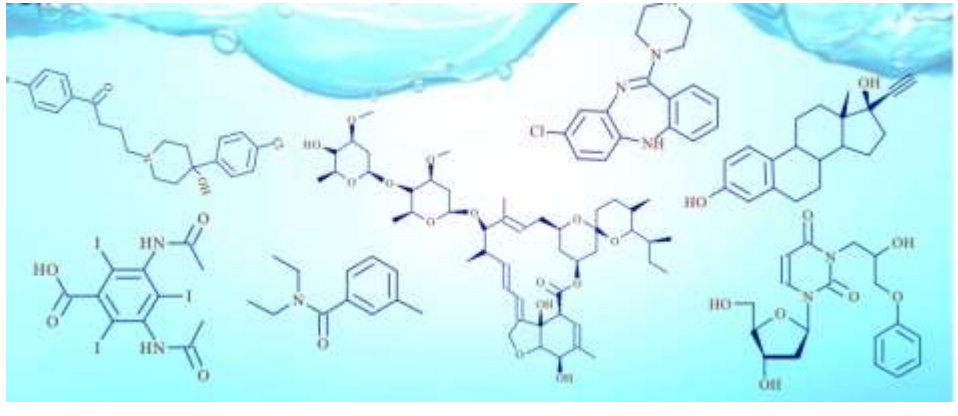
¿Qué se necesita para un adecuado funcionamiento en CROMATOGRAFÍA?

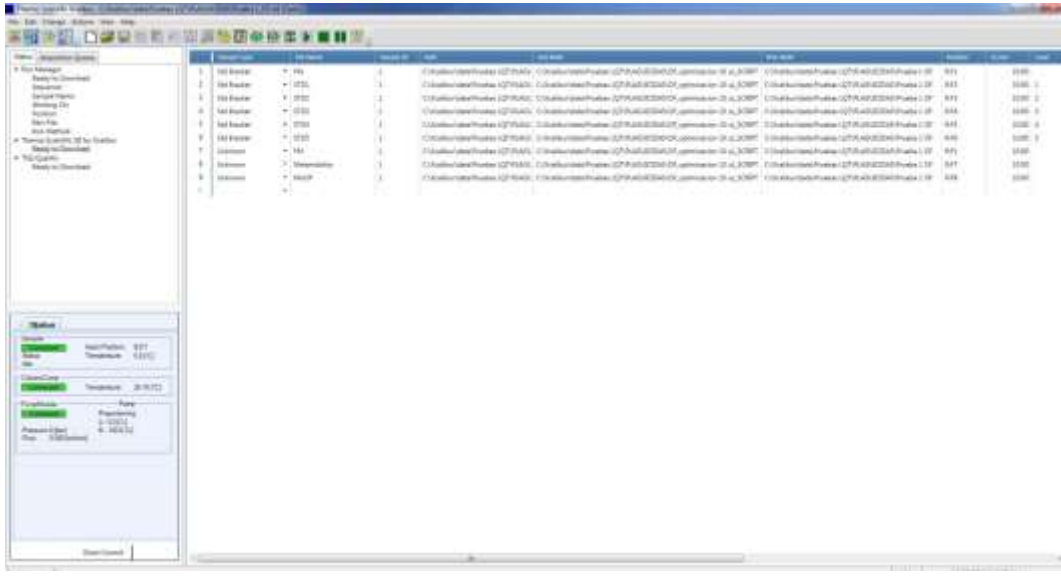


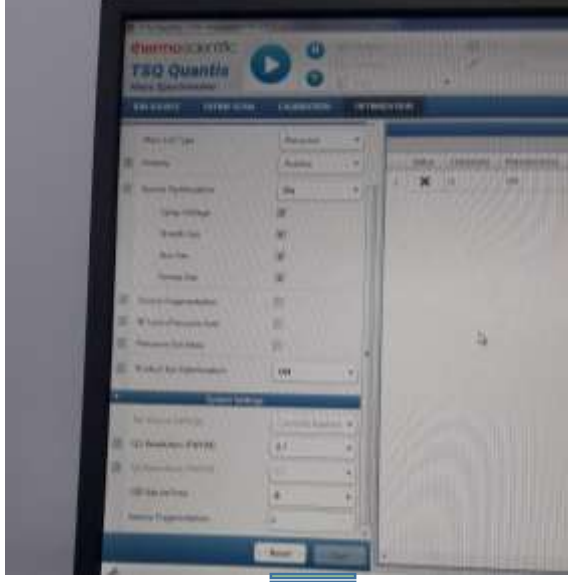
UHPLC/MS-MS

Amplio número de muestras
Bajas concentraciones

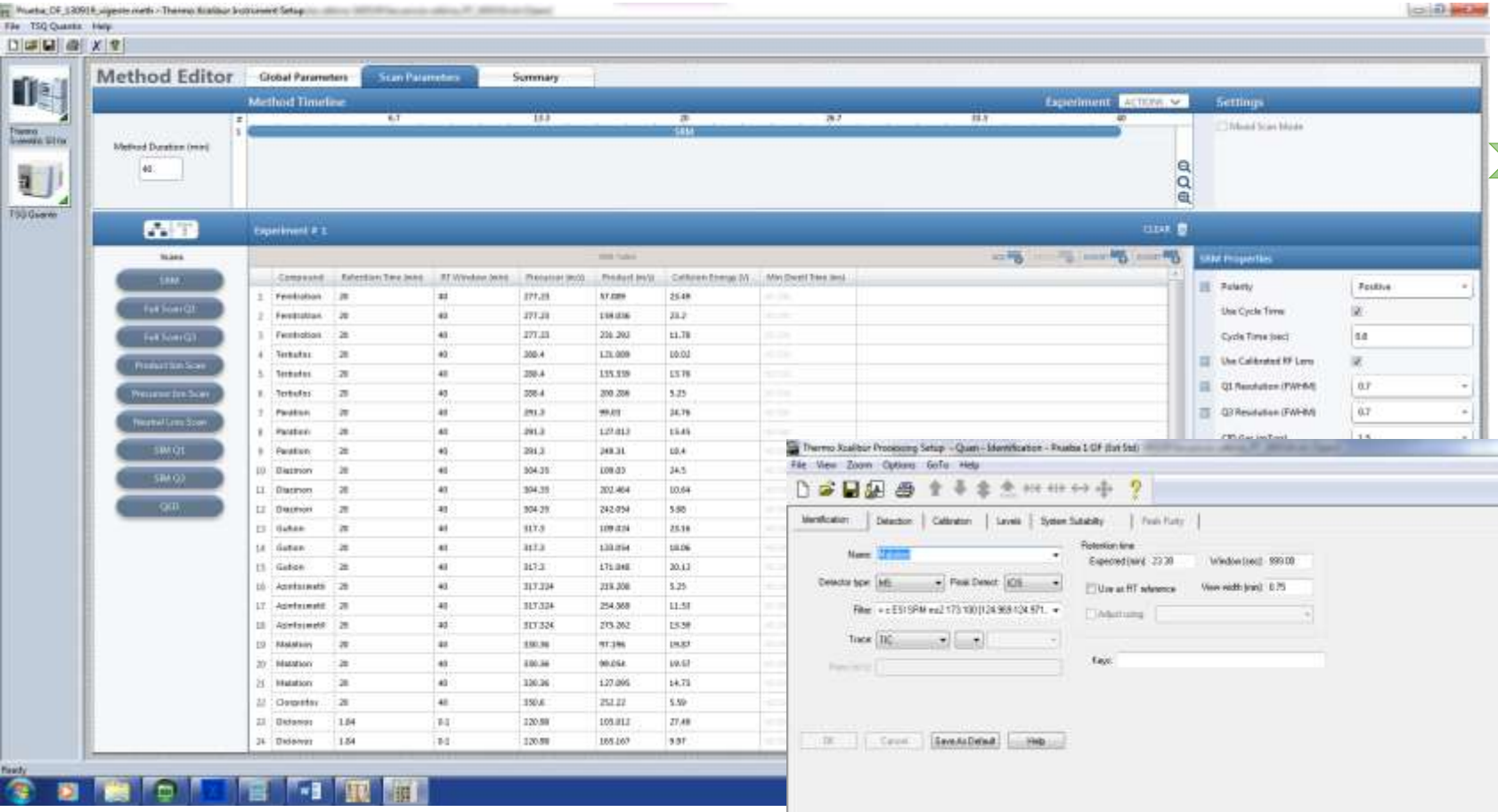
Plaguicidas, solventes orgánicos, Disruptores endocrinos, entre otros.





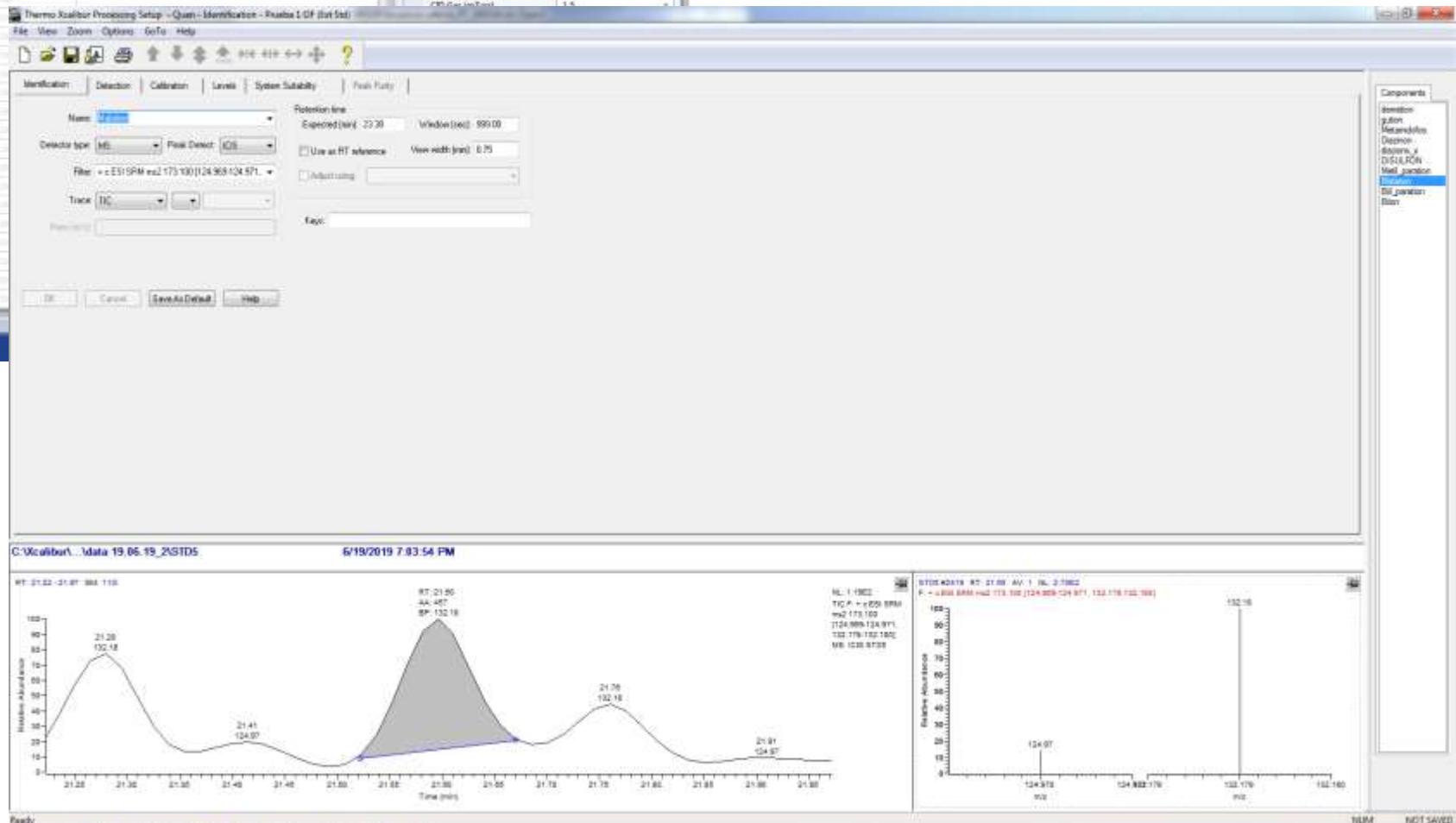


Seg No.	Segment Init (min)	Compound	Retention time (min)	Peak Init (FS/MSn)	Base peak	Precursor Ion (m/z)	Isolation Gas (ml/min)	Q Value	Width	Isolation time (ms)	CID (volts)	Collision time CID	Product Ion Scan (m/z)
1	10.50	CID stabilization 1st pesticide	N/A	N/A	N/A	180.09	0.3	0.450	6.0	12	3.5	50	100-200
2	11.10	α-BHC	12.83	12.32	180.93	180.9	1.0	0.450	6.0	12	3.5	50	100-200
3	12.00	γ-BHC	13.50	13.00	182.99	182.9	1.0	0.450	6.0	12	3.5	60	130-200
4	12.27	β-BHC	13.65	13.50	180.99	183.0	1.0	0.450	6.0	12	3.5	50	100-200
5	13.00	δ-BHC	14.44	14.40	180.96	180.9	1.0	0.450	6.0	12	3.5	50	100-200
6	13.30	Heptachlor	15.68	14.89	234.98	273.8	1.0	0.450	6.0	12	3.5	50	150-300
7	14.10	Aldrin	16.49	15.59	262.91	262.9	1.0	0.450	6.0	12	3.5	50	150-300
8	15.00	Heptachlor epoxide	16.98	16.49	354.8	354.8	1.0	0.225	4.0	12	4.0	60	220-380
9	15.40	γ-chlordane	17.21	16.56	374.73	374.8	1.0	0.450	6.0	12	4.5	60	200-400
10	15.90	α–chlordane	17.24	16.92	372.79	372.8	1.0	0.450	6.0	12	4.5	60	200-400
11	16.07	Endosulfan I	17.61	17.23	170.09	238.9	1.0	0.450	6.0	12	3.5	50	150-250
12	16.30	p,p'-DDE	17.79	17.25	246.05	246.05	1.0	0.450	6.0	12	3.5	60	150-330
13	16.56	Dieldrin	18.23	17.40	262.99	262.9	1.0	0.225	4.0	12	3.0	60	200-300
14	16.80	Endrin	18.50	17.54	262.97	263.0	1.0	0.450	6.0	12	5.0	60	150-280



CREACIÓN DE MÉTODO

PROCESAMIENTO DE DATA



Thermo Xcalibur Quan Browser - Secuencia cafeina_RT_160519.sld (Bracket 1, View All)

File View Zoom Options GoTo Help

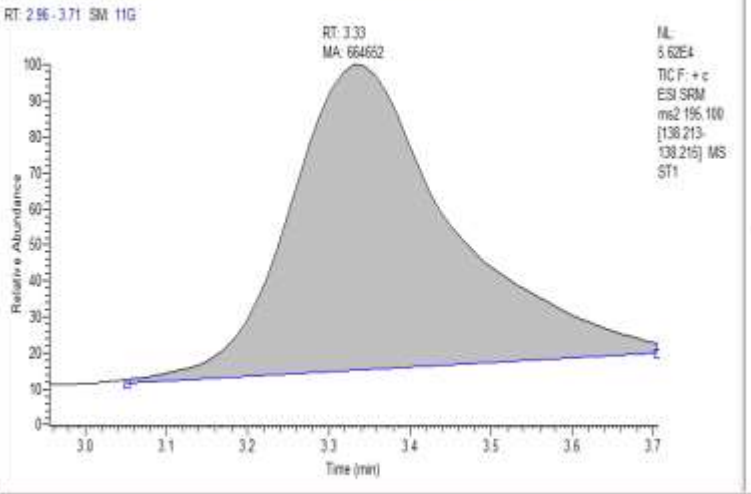
Bracket in use: Bracket 1 | Calibration File: Embedded Calibration

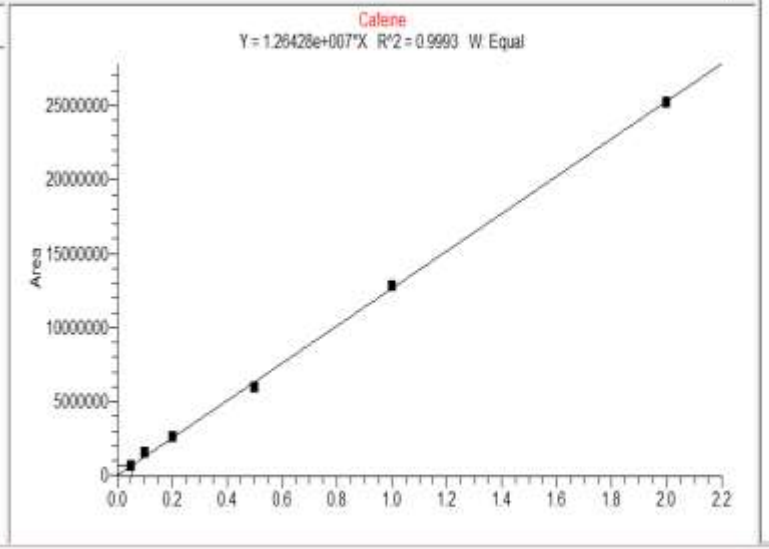
	File Name	Sample Type	Sample Name	Integration Type	Area	ISTD Area	Area Ratio	Specified Amount	Calculated Amount	% Diff	%RSD-RESP	Peak Status	Level	Units	RT	Sample ID	Exclude
1	ST1	Standard		Manual Integration	664652	NA	NA	0.050	0.053	5.14	0.00		1		3.33	2	
2	ST2	Standard		Manual Integration	1629937	NA	NA	0.100	0.129	28.61	0.00		2		3.28	3	
3	ST3	Standard		Method Settings	2811955	NA	NA	0.250	0.257	3.26	0.00		3		3.28	4	
4	ST4	Standard		Method Settings	5992777	NA	NA	0.500	0.474	-5.28	0.00		4		3.28	5	
5	ST5	Standard		Manual Integration	12874618	NA	NA	1.000	1.018	1.83	0.00		5		3.29	6	
6	ST6	Standard		Manual Integration	25224509	NA	NA	2.000	1.995	-0.24	0.00		6		3.38	7	

All / Standards / QCs / Blanks / Unknowns

ST1 (Manual Integration) 05/16/19 09:19:56

RT: 2.96 - 3.71 SM: 11G





NUM 10/4/2019 8:51 AM

06 Agosto 2019

Instituto Nacional de Salud (INS) es la primera institución del Estado en lograr acreditación internacional Norma ISO 15189: 2012

Laboratorio Químico Toxicológico y Clínico del CENSOPAS cumple con requisitos del estándar internacional

Por emitir resultados altamente fiables y especializados en sus servicios del Laboratorio Químico Toxicológico y Clínico, el Instituto Nacional de Salud (INS) del Ministerio de Salud (Minsa), es la primera institución del Estado en lograr la acreditación internacional Norma ISO 15189: 2012 "Laboratorios Clínicos: Requisitos particulares para la calidad y competencia"-

La acreditación fue entregada por la Entidad Mexicana de Acreditación (EMA), institución que cuenta más de cincuenta laboratorios acreditados en Centroamérica y Sudamérica y tiene los máximos reconocimientos internacionales del Foro Internacional de Acreditación (IAF) y de la Cooperación Internacional de Acreditación de Laboratorios (ILAC).

ema entidad mexicana de acreditación, a.c.

ACREDITACIÓN: SINÓNIMO DE CONFIANZA Y COMPETENCIA TÉCNICA

mariano escobedo n° 564 col. anzures, 11590 ciudad de méxico
tel. (55) 91484300 www.ema.org.mx LSC 01 800 022 29 78

INSTITUTO NACIONAL DE SALUD
CENTRO NACIONAL DE SALUD OCUPACIONAL Y PROTECCION DEL AMBIENTE PARA LA SALUD-CENSOPAS
AV. DEFENSORES DEL MORRO, 2266 EX HUAYLAS CHORRILLOS
LIMA, PERÚ

Ha sido acreditado como Laboratorio Clínico bajo la norma NMX-EC-15189-IMNC-2015 / ISO 15189:2012. Requisitos generales para la calidad y la competencia de laboratorios clínicos, para la disciplina de ***Toxicología.***

Acreditación Número: CL-151
Fecha de acreditación: 2019-07-18
Número de Ref.: 19CL00133

El alcance para realizar las disciplinas es de conformidad con:

LABORATORIO
QUIMICO TOXICOLOGICO

LABORATORIO
QUIMICO TOXICOLOGICO

GRACIAS