



sharing intelligence and science about fake medicines and illegal websites

Laboratorio de Productos Ilegales

*División de Química y Tecnología Farmacéutica
de la AEMPS*



Co-funded by the Prevention of and Fight against Crime
Programme of the European Union

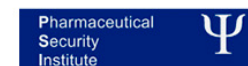
COORDINATOR



CO-BENEFICIARIES



PARTNERS



SUPPORTED BY



Laboratorio de Productos Ilegales

De nueva creación en 2010

Personal:

3 titulados superiores

3 analistas de laboratorio

Instrumentación:

UPLC-Xevo QTOF (proporciona masa exacta)

UPLC-CAD (permite cuantificación con análogos)

Ensayos:

Identificación de componentes declarados o no declarados en la composición (acreditado según norma 17025 desde julio de 2013)

Cuantificación de componentes no declarados



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union



Laboratorio de Productos Ilegales



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

Técnicas analíticas: UPLC-MS (QTOF)
UPLC-CAD

UPLC (UHPLC)

Cromatografía de líquidos de ultra alta eficacia que utiliza columnas con tamaño de partícula inferiores a 2 μm , lo que permite:

- ☐ Muy buenas separaciones en cortos periodos de tiempo
- ☐ Un buen acoplamiento al espectrómetro de masas (MS) y al detector de aerosol cargado CAD utilizando:
 - ☐ Ionización por vaporización o electro-spray (ESI) que produce los iones que van al MS
 - ☐ Nebulización y secado que produce las partículas que se cargan en el CAD



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales



UPLC-Xevo QTOF



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

MS (QTOF)

Espectrómetro de masas de tiempo de vuelo (TOF)

- ☐ Los iones producidos por ESI se aceleran a alta velocidad aplicando un fuerte voltaje y se lanzan a un tubo de vuelo, para ser “contados” en el detector.
- ☐ El tiempo que tarda un ión en atravesar el analizador es proporcional a su velocidad, que es inversamente proporcional a su masa (llegan antes los iones más ligeros).

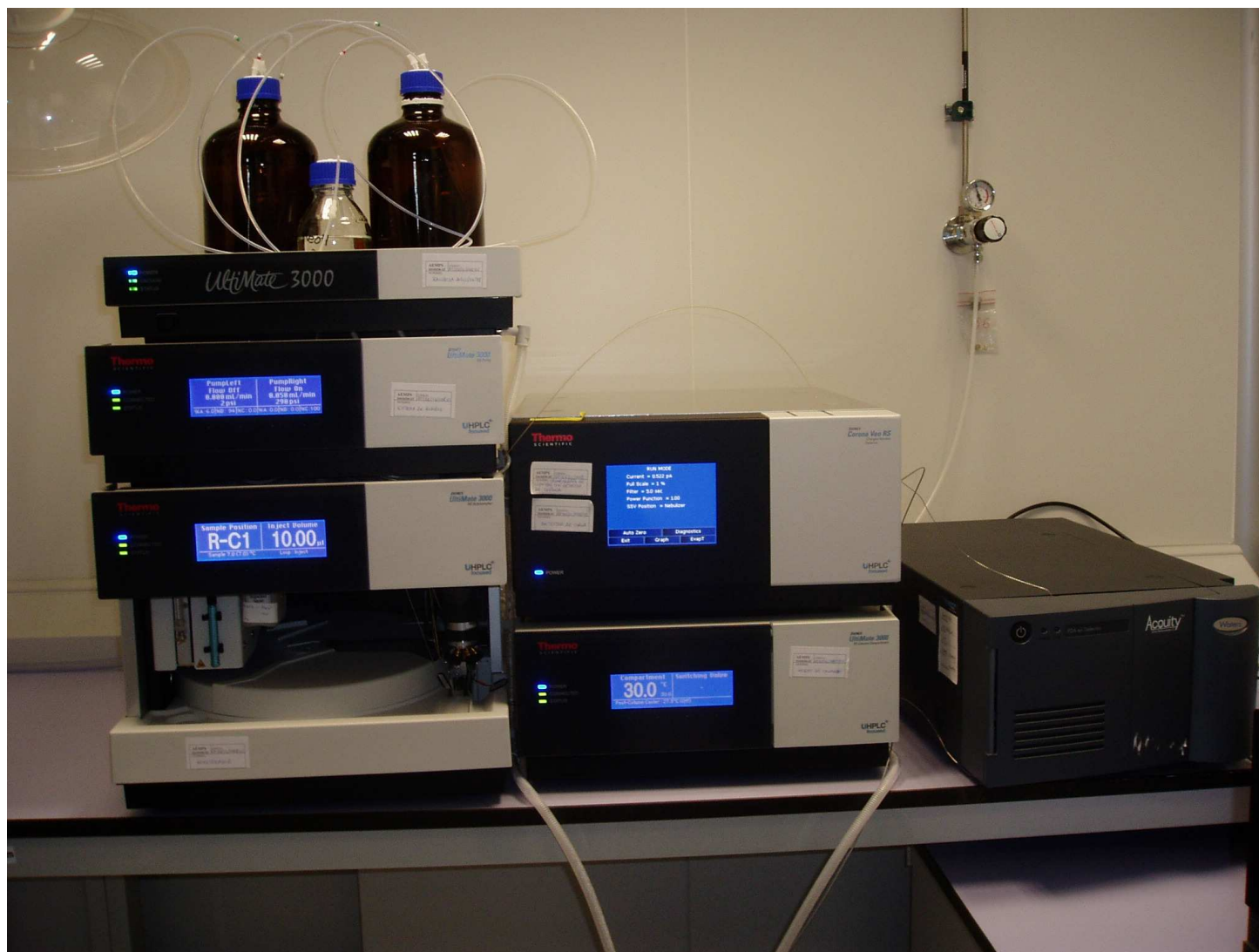
Si además del analizador de tiempo de vuelo, se acopla un cuadrupolo (Q) tenemos un detector QTOF que permite:

- ☐ Conocer la masa exacta del ión y su patrón isotópico
- ☐ Fragmentar el ión y conocer la masa exacta de los fragmentos



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales



UPLC-CAD



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

CAD

Las partículas generadas en el nebulizador se cargan positivamente y el detector mide la carga recibida.

La carga es proporcional a la cantidad de analito dando una respuesta que es bastante independiente de la estructura química, pero dependiente de la composición de la fase móvil por lo que requiere la utilización de un gradiente inverso, para mantener la fase móvil constante.

Responde a cualquier analito no volátil o semivolátil, con o sin cromóforos.

Permite estimar concentraciones aunque no se disponga de patrones de las sustancias concretas.



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union



Laboratorio de Productos Ilegales

Con la instrumentación adquirida se ha desarrollado un método de **SCREENING** para **identificación** y si se requiere **cuantificación** de componentes

Utiliza un método cromatográfico único que permite la separación de sustancias con actividad farmacológica

Este método cromatográfico se emplea tanto para el detector de **masas** (QTOF) como para el detector de **corona** (CAD)

Cuando se utiliza el detector de **masas**, la posibilidad de combinar la separación cromatográfica de alta eficacia, la obtención de la masa exacta de un compuesto, el patrón isotópico de la misma y su espectro de masas proporciona la **confirmación de la identidad y estructura molecular de una sustancia**.

La identificación de las sustancias detectadas en las muestras requiere un procesado muy cuidadoso y muchas veces complejo de los resultados obtenidos.

Con el detector de **corona** se efectúa la **estimación de la cantidad** de la sustancia identificada previamente en masas.



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union



Laboratorio de Productos Ilegales

Este método de SCREENING ha sido desarrollado para efectuar la identificación de:

- ✓ **Anabolizantes:** testosterona, boldenona, estanozolol, mesterolona, drostanolona, metandriol, metandienona, metenolona, nandrolona, oxandrolona, oximetolona, trenbolona, etc y sus respectivos ésteres.
- ✓ **Sustancias activas inhibidores de la PDE-5:** vardenafilo, tadalafilo y sildenafil y otros derivados tales como tiosildenafil, acetildenafil, desmetiltiosildenafil, hidroxihomo-tiosildenafil, 4-propoxi-N-hidroxietil-tiosildenafil, nitroso-prodenafilo, etc.
- ✓ **Sustancias utilizadas ilegalmente en productos para adelgazar:** bisacodilo, bupropion, diazepam, fenfluramina, fluoxetina, furosemida, orlistat, rimonabant, sibutramina, tiroxina, liotironina, etc
- ✓ **Otras sustancias con actividad terapéutica** relacionadas con la indicación que se deduzca de su nombre o bien de la información de su material de acondicionamiento.

Se mantiene una lista abierta de sustancias identificadas en el laboratorio, la mayoría de ellas con actividad farmacológica



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union



Laboratorio de Productos Ilegales

MEZCLA-15 MeOH-Agua 90-10 (1 µg/ml). 11.07.14. VIAL PREP: 18.09.14

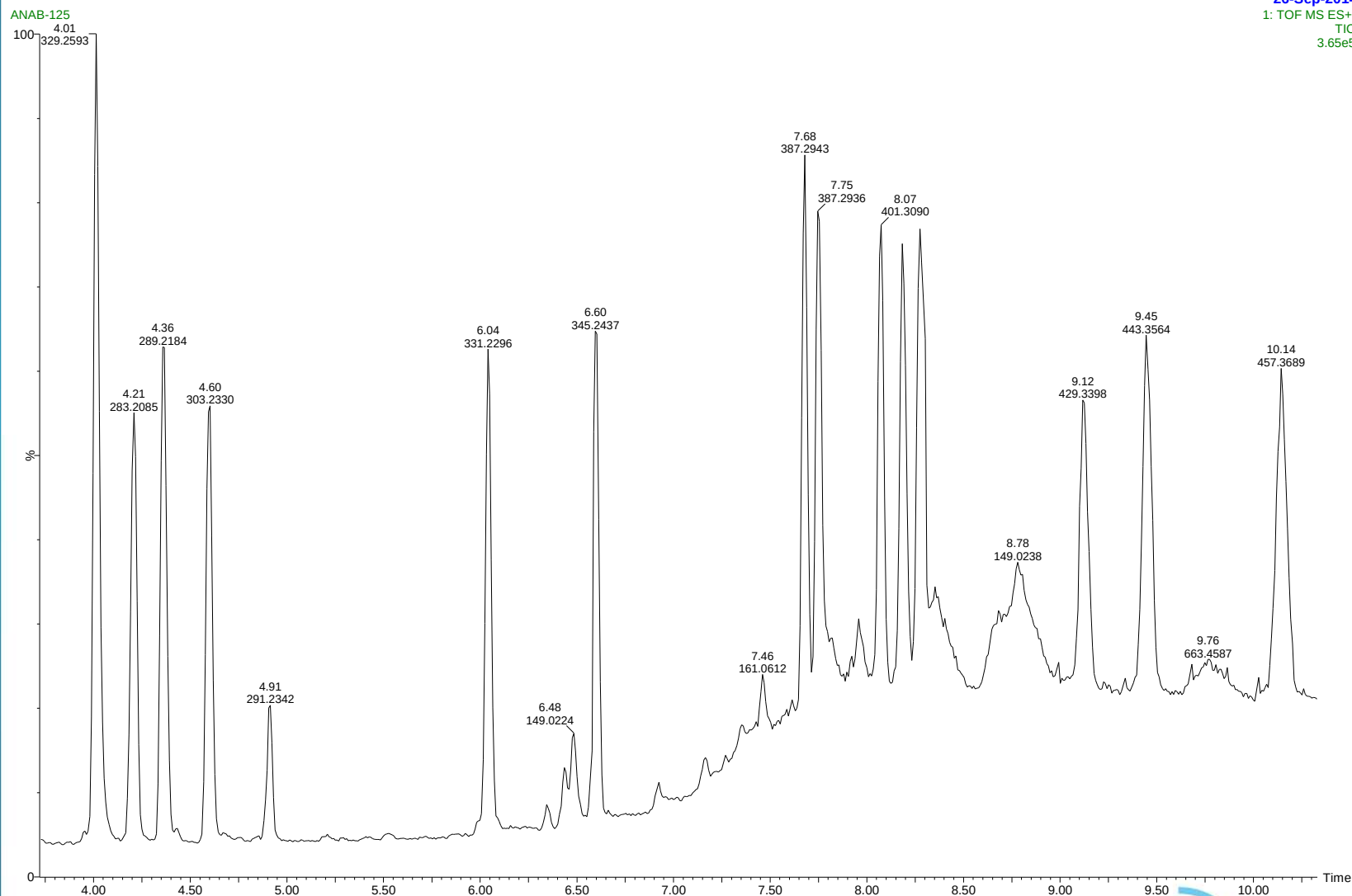
26-Sep-2014 15:28:29

26-Sep-2014

1: TOF MS ES+

TIC

3.65e5



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

ANABOLIZANTES



Laboratorio de Productos Ilegales

M.PATRONES D.E.SILDE, VARDE, TADA, TIO 2 ug/ml.ACN:H2O (50:50) MATRAZ: 23.05.14 VIAL23.05.14

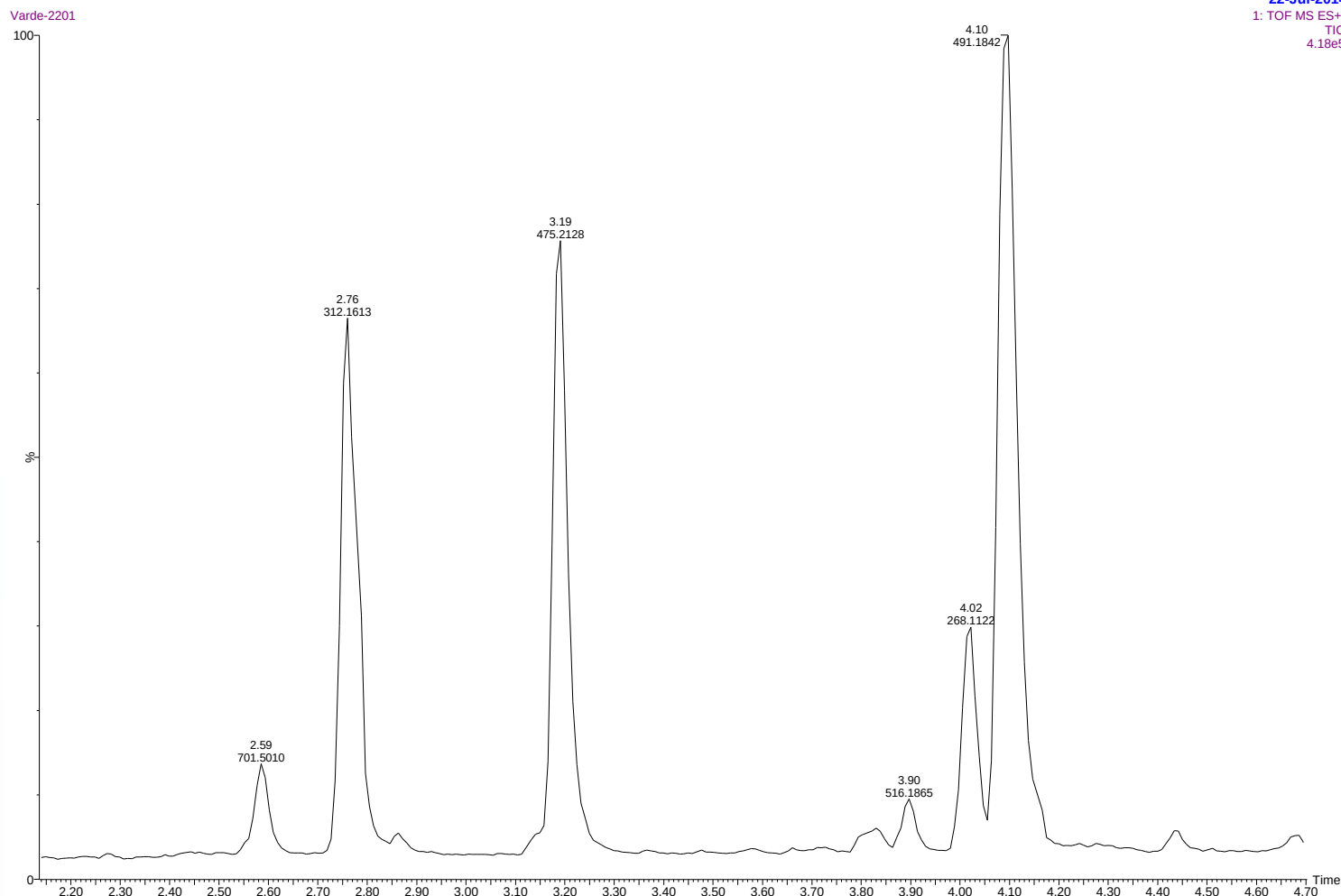
22-Jul-2014 11:21:33

22-Jul-2014

1: TOF MS ES+

TIC

4.18e5



INHIBIDORES DE PDE-5:

VARDENAFILO	2.76
SILDENAFILO	3.19
TADALAFILO	4.02
TIOSILDENAFILO	4.10



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

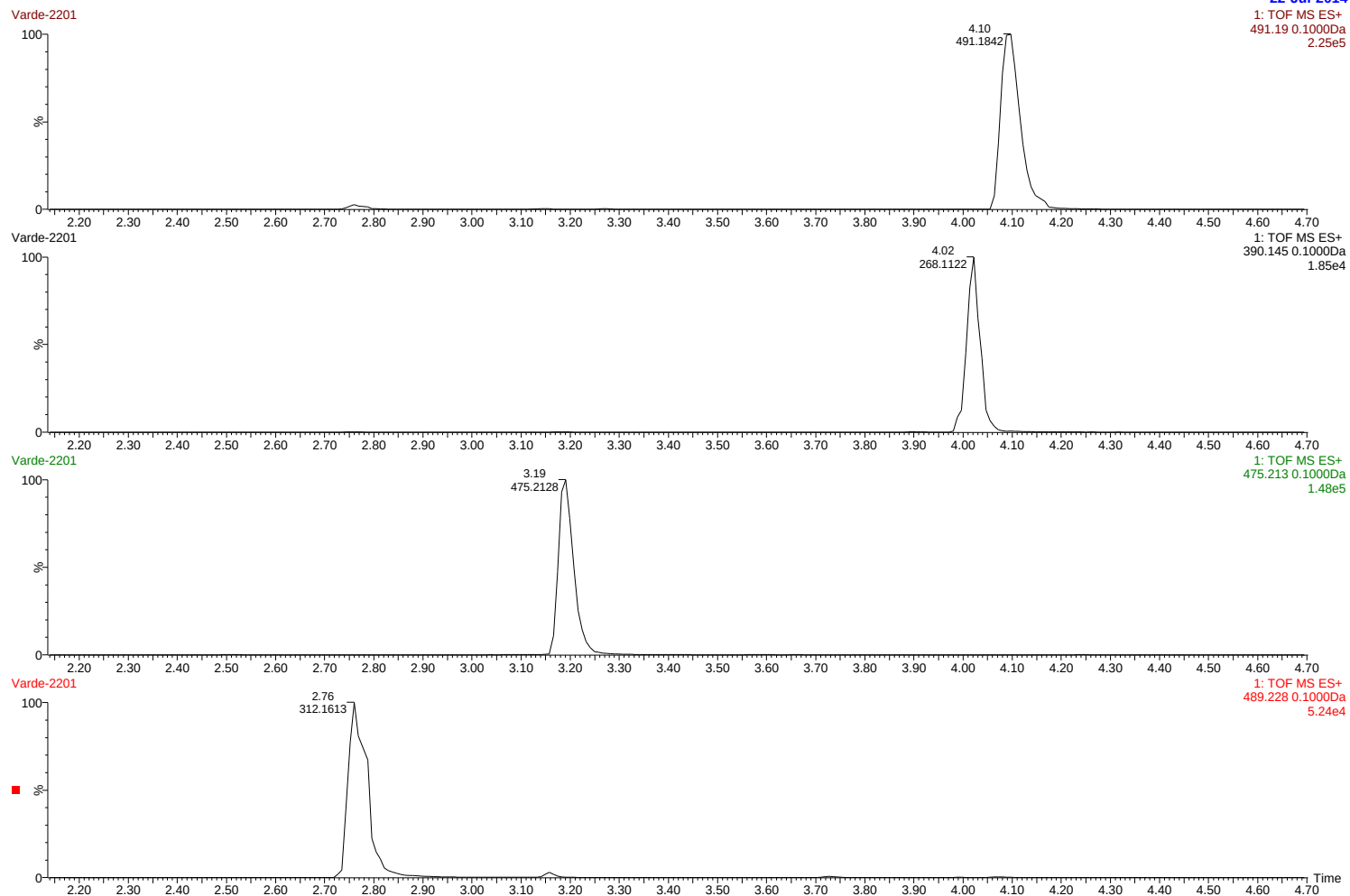
FILTRADO POR MASA EXACTA

M.PATRONES D.E.SILDE, VARDE, TADA, TIO 2 ug/ml.ACN:H2O (50:50) MATRAZ: 23.05.14 VIAL23.05.14

22-Jul-2014 11:21:33

22-Jul-2014

1: TOF MS ES+
491.19 0.1000Da
2.25e5



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

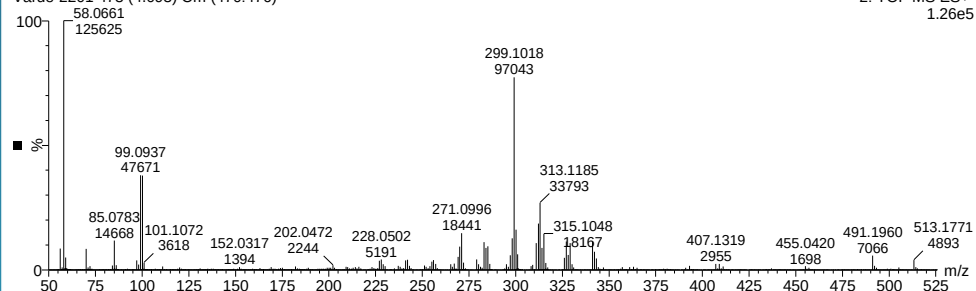


Laboratorio de Productos Ilegales

M.PATRONES D.E.SILDE, VARDE, TADA, TIO 2 ug/ml.ACN:H2O (50:50) MATRAZ: 23.05.14 VIAL23.05.14

Varde-2201 473 (4.093) Cm (470:476)

2: TOF MS ES+
1.26e5

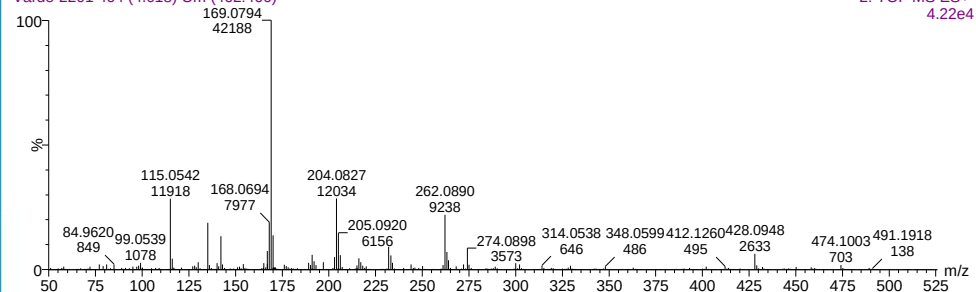


ESPECTROS DE MASAS:

TIOSILDENAFILO

Varde-2201 464 (4.018) Cm (462:466)

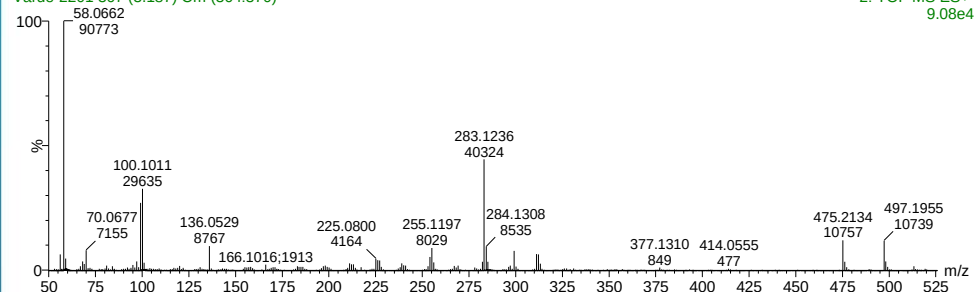
2: TOF MS ES+
4.22e4



TADALAFILO

Varde-2201 367 (3.187) Cm (364:370)

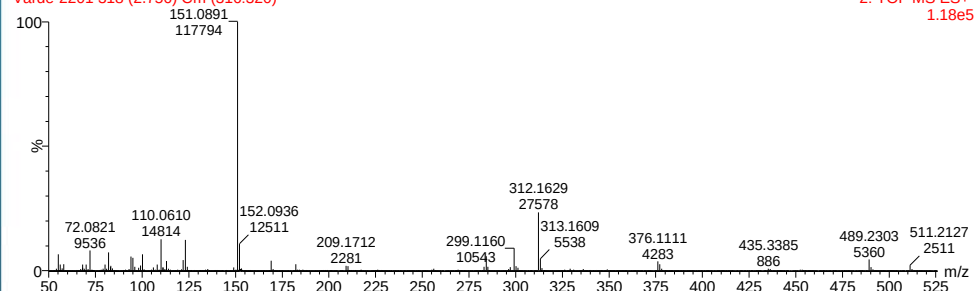
2: TOF MS ES+
9.08e4



SILDENAFILO

Varde-2201 318 (2.756) Cm (316:320)

2: TOF MS ES+
1.18e5



VARDENAFILO



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union



Laboratorio de Productos Ilegales

ENSAYO DE IDENTIFICACION DE COMPONENTES POR UPLC-MS (QTOF)

Condiciones cromatográficas:

Columna: Acquity UPLC BEH
C18 1.7 μm (2.1x100 mm)

Fase móvil:

A.- Fórmico 0.1% en agua

B.- Fórmico 0.1% en ACN

Gradiente:

t (min)	%A	%B
0	95.0	5.0
7.0	5.0	95.0
10.5	5.0	95.0
11.0	95.0	5.0

Flujo: 0.4 ml/min

T^a columna: 30°C

T^a inyector: 7°C

Inyección: 8 μl

Condiciones QTOF:

MODO	MS ^E
	ES +
FUENTE:	
Capilar	3.0 kV
Cono muestra	35 V
Cono extracción	4.0
TEMPERATURAS	
Fuente	120
Desolvatación	600
GASES	
De cono (L/h)	20
De desolvatación (L/h)	600
ENERGIA DE COLISION	20-40 V



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

ENSAYO DE IDENTIFICACION DE COMPONENTES POR UPLC-MS (QTOF)

Preparación de las muestras:

Extracción y dilución con disolventes orgánicos (metanol o acetonitrilo). Filtrado e inyección en el cromatógrafo.

Procesado de los cromatogramas:

Revisión inicial de los picos más importantes

Software Chromalynx que filtra los cromatogramas por masas exactas utilizando listas de sustancias, que se van ampliando día a día :

- ✓ Anabolizantes
- ✓ Inhibidores de PDE-5
- ✓ Adelgazantes
- ✓ Plantas, etc

Procedimiento especial para la identificación de nuevas sustancias



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union



Laboratorio de Productos Ilegales

IDENTIFICACION DE NUEVAS SUSTANCIAS

- Extracción de los espectro de masas del pico desconocido con y sin energía de colisión.
- Estimación de la fórmula empírica
- Búsqueda en bases de datos sustancias con algún tipo de actividad farmacológica que puedan corresponder a esa fórmula y a su fragmentación.
- Evaluación del patrón de fragmentación obtenido con las fórmulas de los candidatos, para ver si alguno de ellos corresponde.
- Revisión de la bibliografía disponible.
- Adquisición de material de referencia, si está disponible para confirmar inequívocamente la estructura propuesta.
- Si no se encuentra material de referencia se tratará de confirmar la estructura por otras vías (CG/MS, espectros de masas bibliográficos o remitidos por otros laboratorios de la red de OMCL, etc). En este caso se informa como “estructura compatible con”



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union



Laboratorio de Productos Ilegales

SUSTANCIAS IDENTIFICADAS EN EL LABORATORIO: 197

TIEMPO DE RETENCION

MASA EXACTA

FRAGMENTACION Y PATRON ISOTOPICO

CON PATRÓN DE REFERENCIA: 160

OTRAS SUSTANCIAS INCLUIDAS EN SCREENING: UNAS 2000

LIMITACIONES:

LA SUSTANCIA DEBE IONIZARSE

DEBE ELUIR EN EL GRADIENTE UTILIZADO

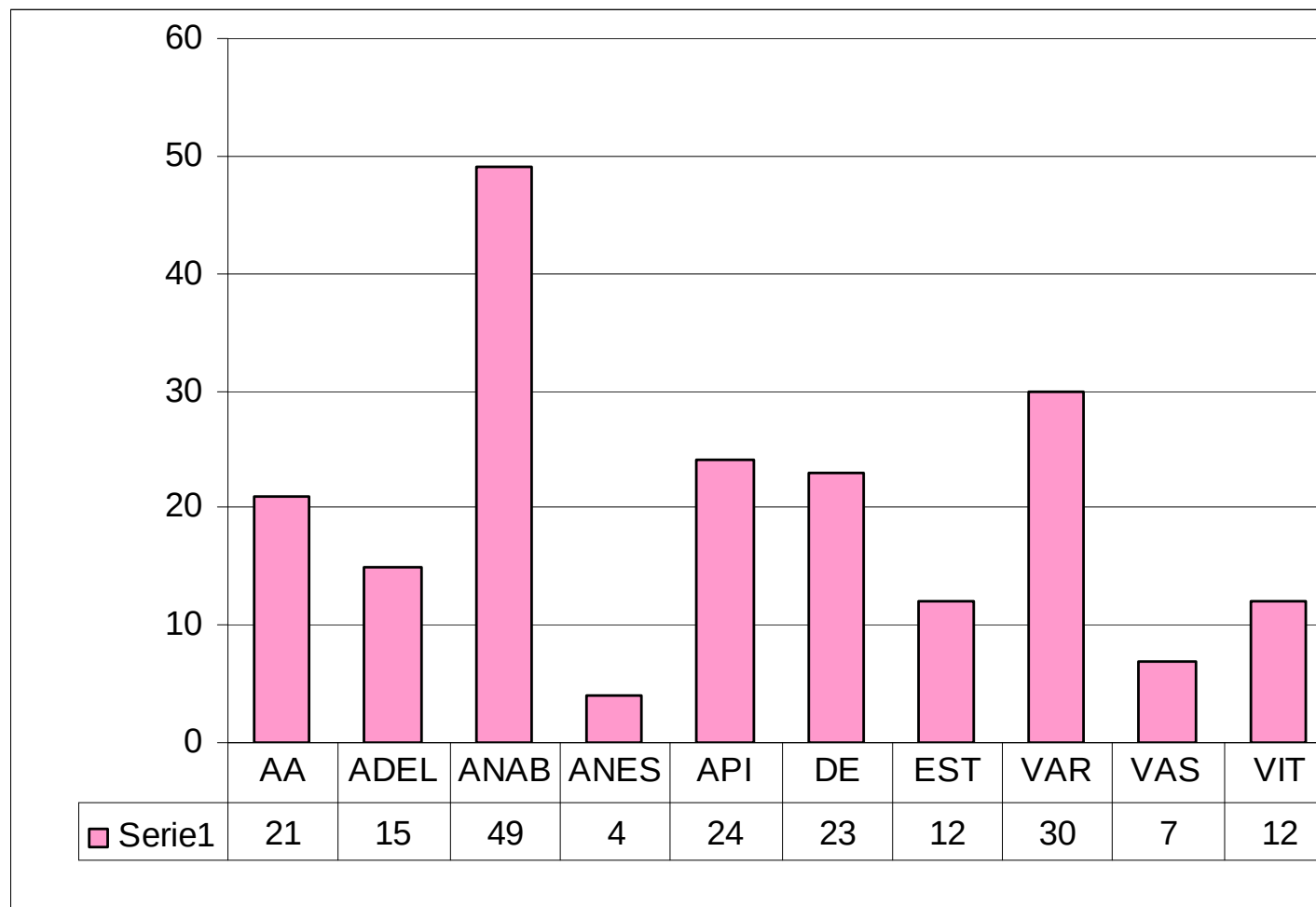


Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union



Laboratorio de Productos Ilegales

SUSTANCIAS IDENTIFICADAS EN EL LABORATORIO



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

ANEXO TÉCNICO
ACREDITACIÓN Nº 397/LE794

Entidad: AGENCIA ESPAÑOLA DE MEDICAMENTOS Y PRODUCTOS SANITARIOS
División de Química y Tecnología Farmacéutica

Dirección: C/ Campezo, nº1; 28022 Madrid

Norma de referencia: UNE-EN ISO/IEC 17025: 2005 (CGA-ENAC-LEC)

Título: Análisis de medicamentos y sus materias primas

Categoría 0 (Ensayos en el laboratorio permanente)

PRODUCTO/MATERIAL A ENSAYAR	ENSAYO	NORMA/PROCEDIMIENTO DE ENSAYO
Medicamentos de uso humano no autorizados excluyendo: - biológicos - biotecnológicos	Identificación de componentes por UPLC-MS (QTOF)	Procedimiento interno PNT/QT/IL-003 RFE/Ph.Eur (2.2.29/2.2.43)

Laboratorio de Productos Ilegales

COLABORACION CON LA RED EUROPEA DE OMCL (GEON)

Remisión de informes de complementos alimenticios adulterados.
Introducción de los datos en la base de datos KNOWX desde abril de este año)

Participación en las campañas europeas de control de productos sospechosos de contener sustancias no declaradas (European Market Surveillance of Suspected Illegal Products MSSIP)

Participación en los estudios de suficiencia SUP:

Estudio	Muestras	Resultado	Países participantes
SUP004	Polvo marrón	Sibutramina	23 (1)
SUP005	A y B (Polvo blanco)	A: JWH081 B: Butilona	22 (1)
SUP006	Comprimidos amarillos (4)	Tiocolchicósido	19 (1)
SUP007	Comprimidos blancos (3)	Estanozolol	23 (0)



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

KnowX - Windows Internet Explorer

https://knowx.edqm.eu/#

Archivo Edición Ver Favoritos Herramientas Ayuda

Google Buscar Compartir Más >> Acceder

Favoritos secreto - Diccionario Inglés... Sitios sugeridos Galería de Web Slice

KnowX

Página Seguridad Herramientas >>

New entry Search Search results Pilar Zamorano

 KnowX 
European Directorate for the Quality of Medicines & Healthcare / Direction européenne de la qualité du médicament & soins de santé

Authority name		All active ingredients labelled/identified	
Origin of sample		Reporting date	from 01/09/14 to
Product name labelled		Laboratory reference number	
Product type		* Rapid alert system number	
Batch number		* Criminal phenomenon	
Marketing authorisation holder/Manufacturer		* PH risk criteria	
Distributor		* PH risk assessment	
Legal status		* Risk communication	
Main active ingredient identified		* Problem statement	
Analytical information		Established by	All ▼

View 20 results ▼

To sort the search results list, order by Default ▼

Choose saved query ▼

Clear Search

* Field only applicable to Police/Customs/Health Authority reports
* Field only applicable to QMCL



Tools ▾

View 20 results ▾

25 results found. Displaying results 1 to 20.

1 2

☐		Entry ID	Authority name	Contact person	Product name labelled	Active ingredients labelled	All active ingredients identified	Reporting date
☐	1	2448	ES_AEMPS-C	Pilar Zamorano	Vifort Vigor	Natural herbs (Ginseng powder, ziziphi spinosae seed, rhizoma polygonati, fructus lyei, cortex cinnamomi cassiae, alli tuberosi seed)	Sildenafil and Yohimbine	02/10/2014
☐	2	2439	PL_NIL	Zbigniew E. Fijalek	GROOVE	Synthetic equivalent of standardized Geranium oil extract standardised to 0.02 %, poppy seed, magnesium stearate, dicalcium phosphate	Glaucine	01/10/2014
☐	3	2438	PL_NIL	Zbigniew E. Fijalek	DEVILS	Benzyl-1-piperazine, piperazine blend, dicalcium phosphate, magnesium stearate	Benzylpiperazine (BZP) Trifluoromethylphenylpiperazine (TFMPP)	01/10/2014
☐	4	2436	Swissmedic	MOSIMANN Ruth	Li Da Daidaihua	100% herbal ingredients		01/10/2014
☐	5	2435	Swissmedic	MOSIMANN Ruth	Goji More	Soya Bean, Goji extract powder etc		01/10/2014
☐	6	2429	PL_NIL	Zbigniew E. Fijalek	Miaozi	Immature bitter orange, hawthorn fruit, peach kernel, aloe	Sibutramine hydrochloride	01/10/2014
☐	7	2428	Swissmedic	MOSIMANN Ruth	Xanax	Alprazolam 0.5 mg		01/10/2014
☐	8	2421	Swissmedic	MOSIMANN Ruth	Pai You Guo	various natural ingredients		29/09/2014
☐	9	2405	Swissmedic	MOSIMANN Ruth	Nizagara	Sildenafil		25/09/2014
☐	10	2404	Swissmedic	MOSIMANN Ruth	Red Nizagara	Sildenafil		25/09/2014
☐	11	2403	AT_AGES-C	Thomas Lang	NDF-Salbe	non	Betamethasondipropionat/ Betamethason 17-valerat/Salicylsäure	22/09/2014
☐	12	2402	AT_AGES-C	Hackl Andreas	Meridia® 15mg	Sibutramine	Sibutramine	22/09/2014
☐	13	2394	HU_NIP	Julia Nemeth-Palotas	Sexual Happy	10 different ingredients of herbal and animal origin	Sildenafil, Tadalafil	16/09/2014
☐	14	2383	ES_AEMPS-C	Pilar Zamorano	XSTRONG-UP for him	Natural herbs (Lepidium Peruvianum chacon, Centella asiatica, Paulinia Cupana Kunth, Smilax Officinalis, Cola Nitida, Ginkgo Biloba, Panax Ginseng, Momordica Charantia)	Tadalafil	16/09/2014
☐	15	2382	ES_AEMPS-C	Pilar Zamorano	Placer Power Plus	Natural herbs (Eleutherococcus Senticosus, Lepidium meyenii walp, Rhodiola Rosea, Tribulus terrestris, Lycium barbarum)	Thiosildenafil and Hydroxyhomothiosildenafil	16/09/2014
☐	16	2381	ES_AEMPS-C	Pilar Zamorano	Placer Power Plus	Natural herbs (Eleutherococcus Senticosus, Lepidium meyenii walp, Rhodiola Rosea, Tribulus terrestris, Lycium barbarum)	Sildenafil	16/09/2014

Laboratorio de Productos Ilegales

EUROPEAN MARKET SURVEILLANCE OF SUSPECTED ILLEGAL PRODUCTS

- MSSIP001: Complementos alimenticios adelgazantes (informe definitivo Febrero 2014)
- MSSIP002: Complementos alimenticios que se anuncian como potenciadores sexuales (resultados enviados a finales del 2013, a la espera del informe definitivo)
- MSSIP003: Campaña retrospectiva de Anabolizantes (en proceso de enviar los resultados 2012-2014)

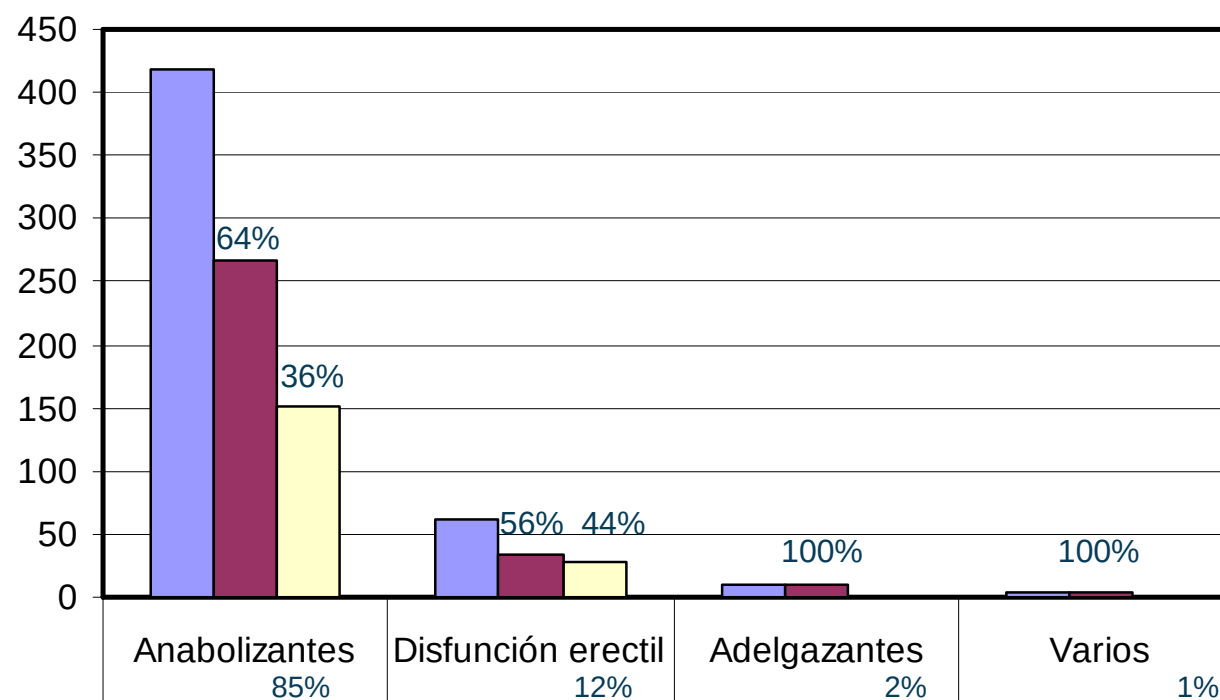
	OMCLs	MUESTRAS	MUESTRAS ADULTERADAS
MSSIP001	18	473	245 - 52%
MSSIP002	21	370	173 – 47%



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

MUESTRAS ANALIZADAS 2014 (hasta septiembre)



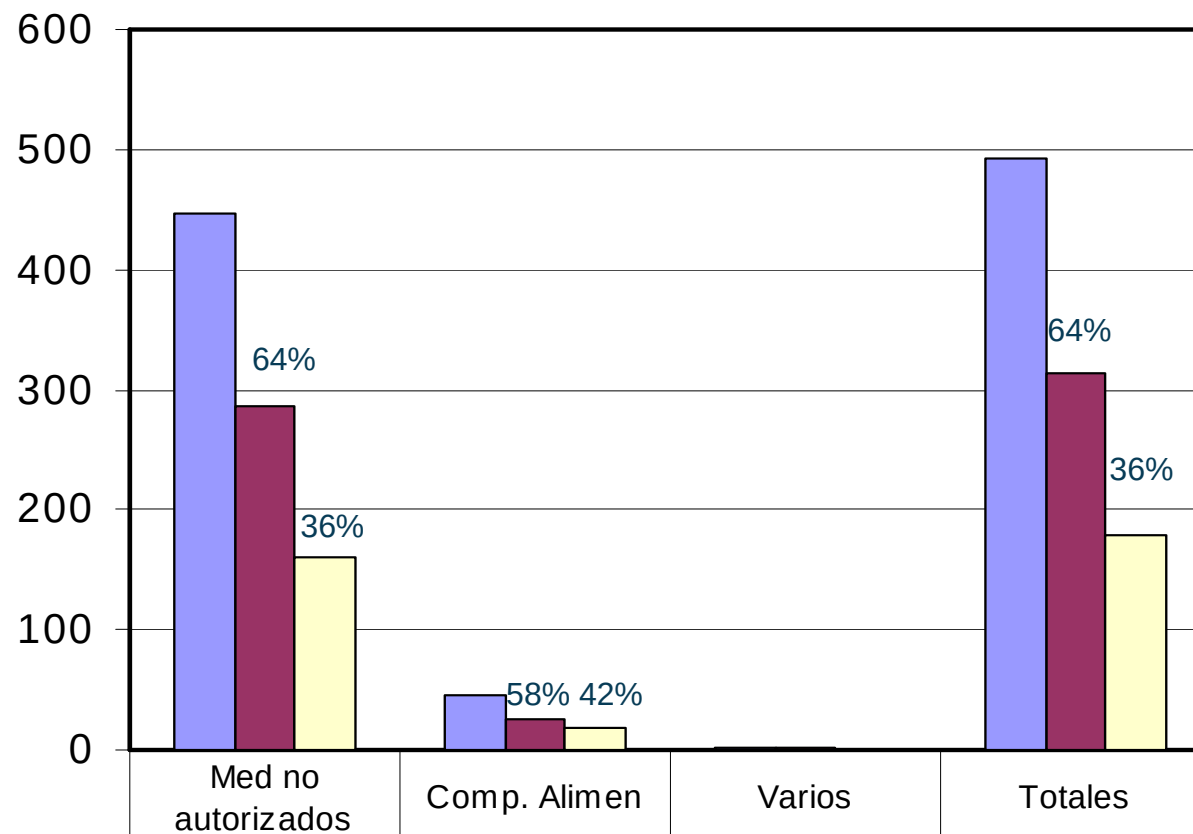
Total	419	61	9	4
Cumplen	267	34	9	4
No cumplen	152	27	0	0



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

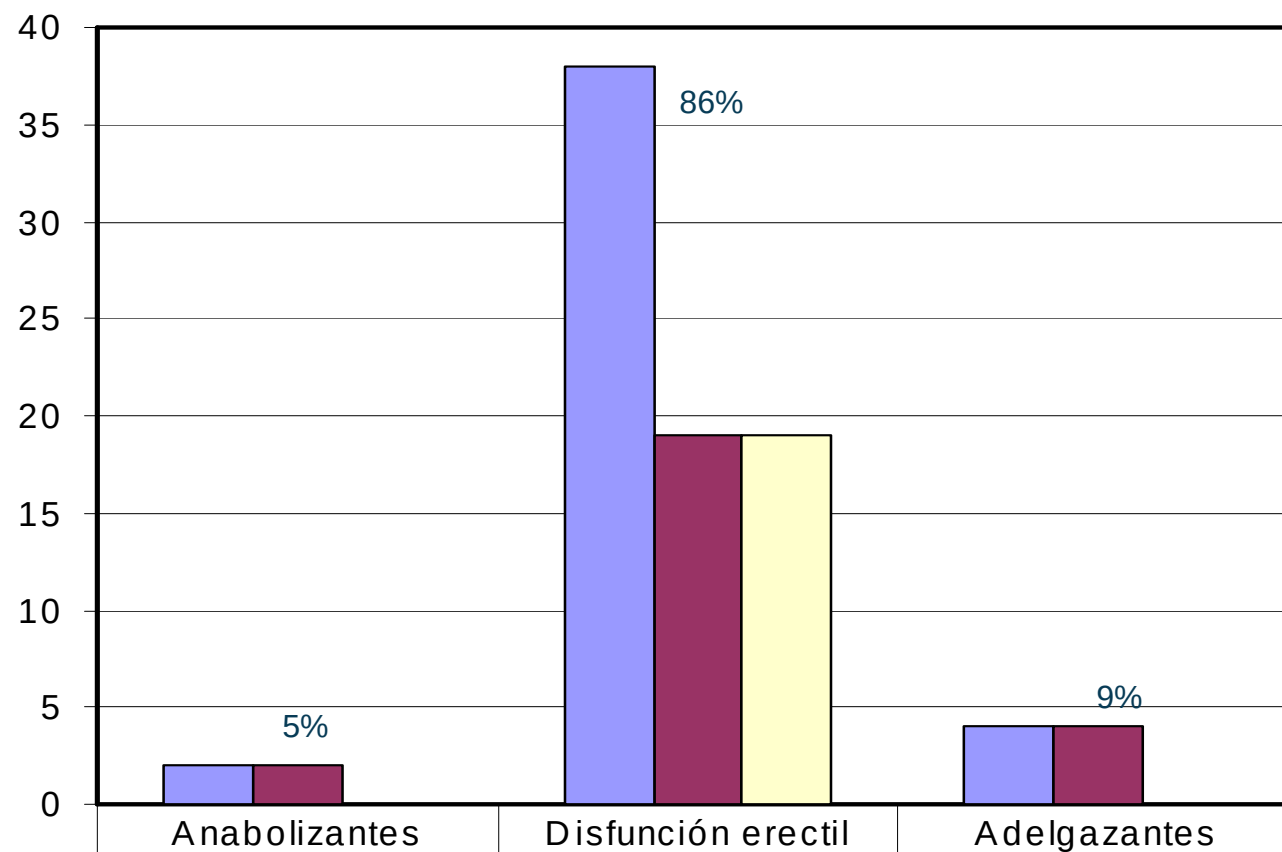
MUESTRAS ANALIZADAS 2014 (hasta septiembre)



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

COMPLEMENTOS ALIMENTICIOS 2014 (hasta septiembre)



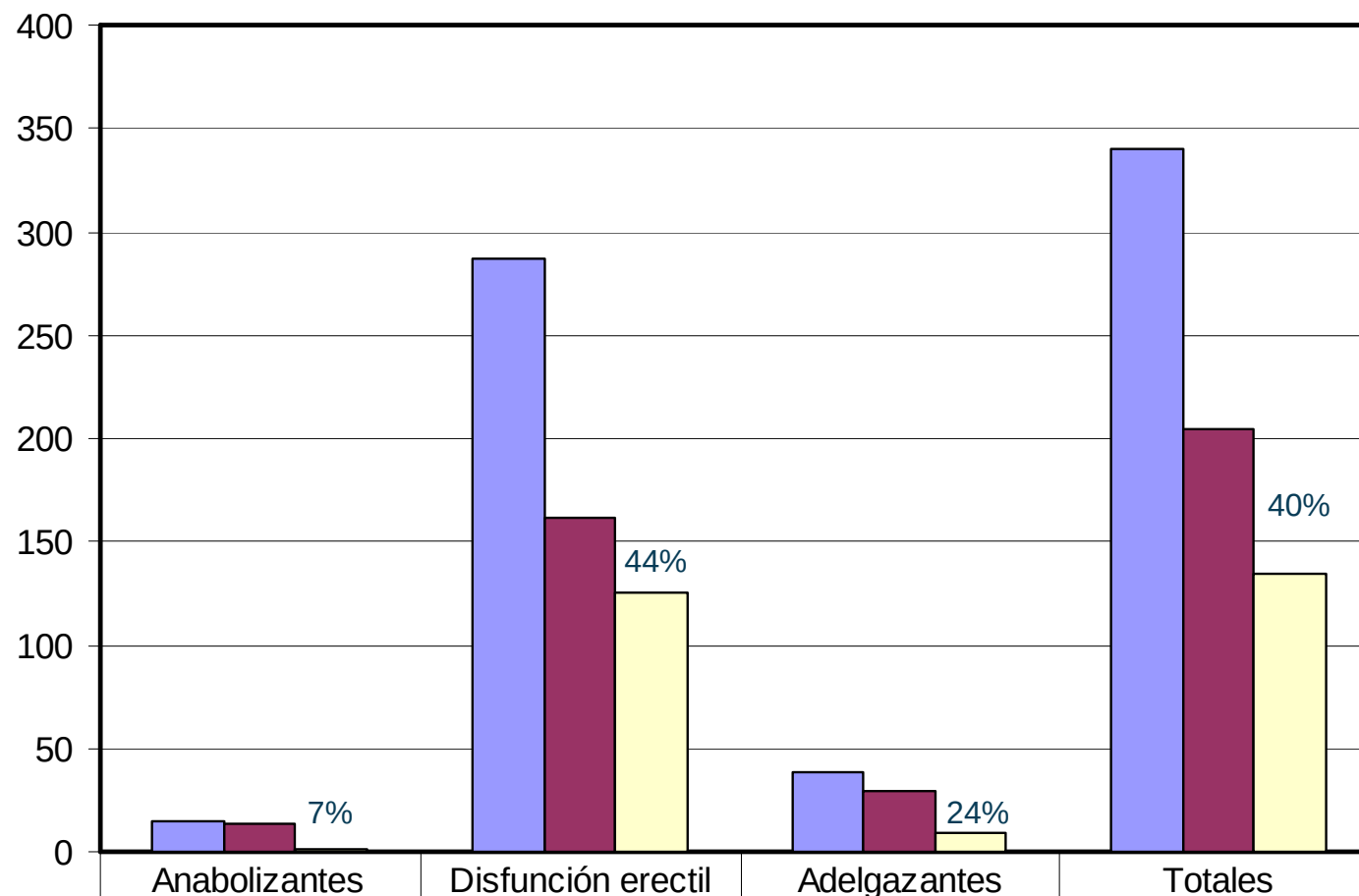
Total	2	38	4
No adulterados	2	19	4
Adulterados	0	19	0



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

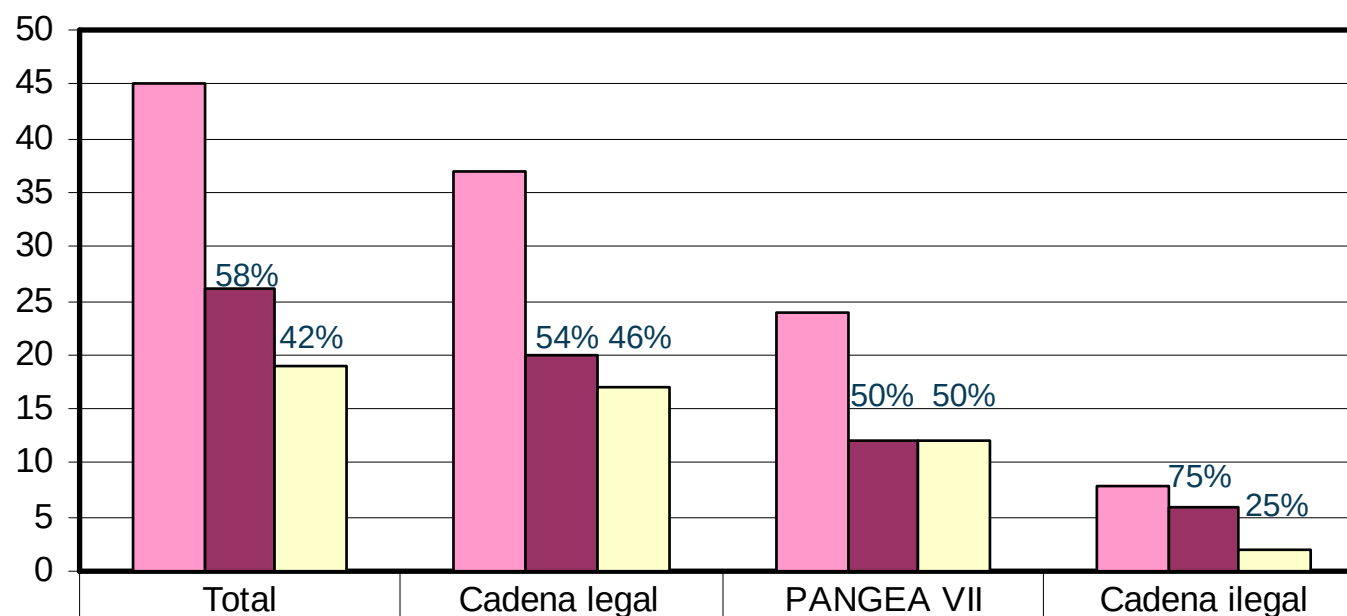
COMPLEMENTOS ALIMENTICIOS 2011 - 09/2014



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

COMPLEMENTOS ALIMENTICIOS 2014 (hasta septiembre)



█ Total	45	37	24	8
█ No adulterados	26	20	12	6
█ Adulterados	19	17	12	2



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

EJEMPLO PRACTICO

Muestra: Goldmax Cápsulas

Procedencia de las muestras recibidas: Operación PANGAEA VII

M.PATRONES D.E.SILDE, VARDE, TADA, TIO 2 ug/ml.ACN:H2O (50:50) MATRAZ: 23.05.14 VIAL23.05.14

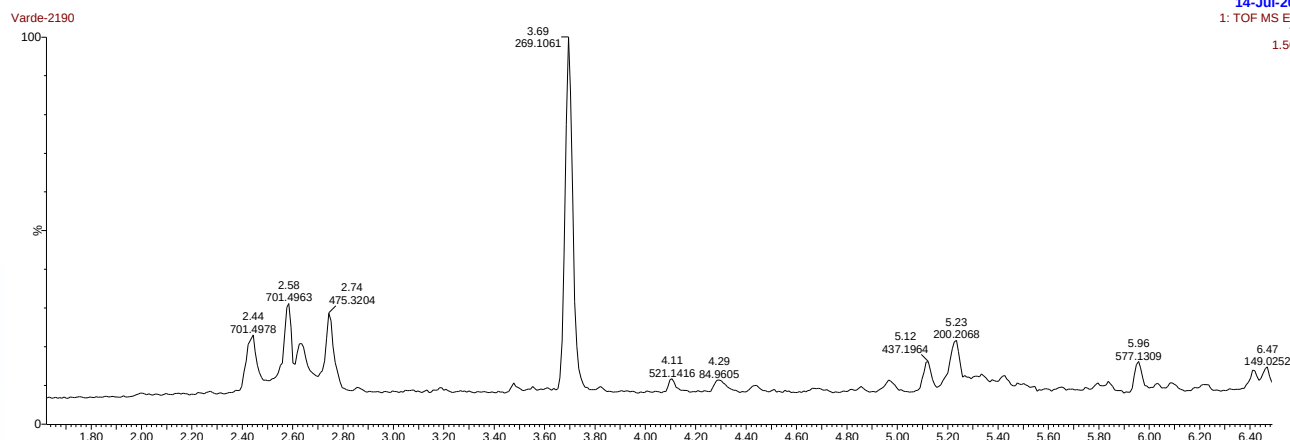
14-Jul-201418:49:33

14-Jul-2014

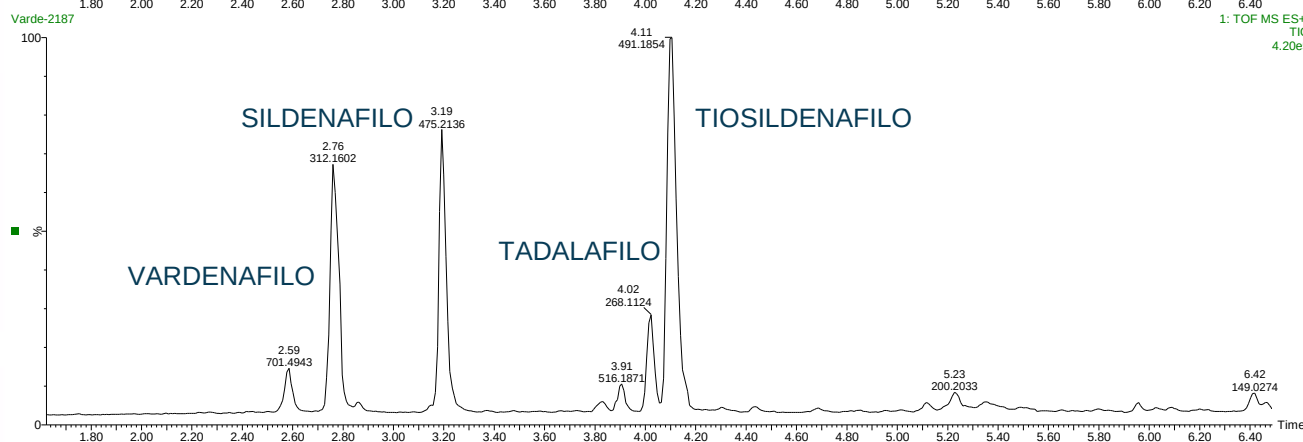
1: TOF MS ES+

TIC

1.56e5



MUESTRA
PROBLEMA



MEZCLA DE
PATRONES



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

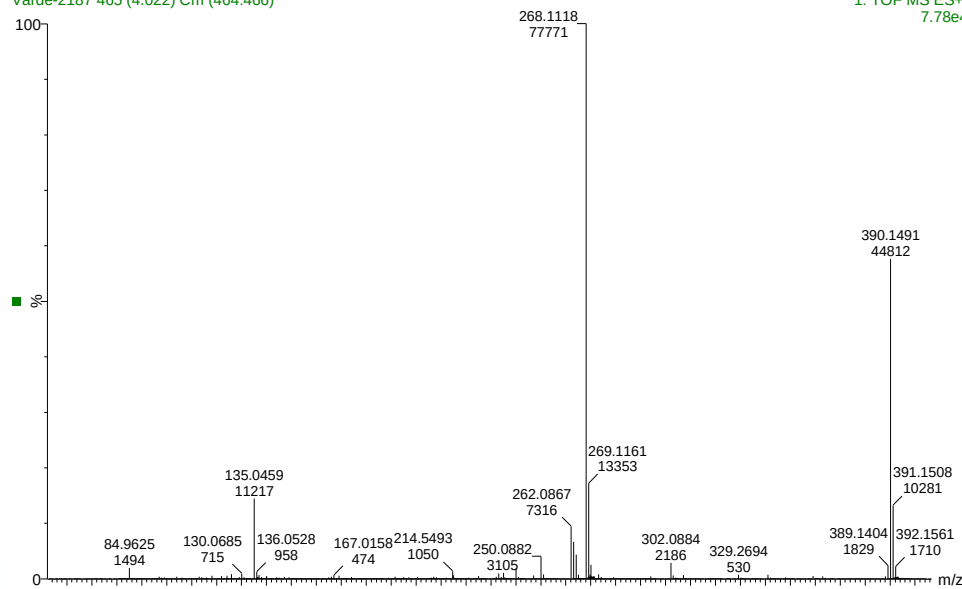


Laboratorio de Productos Ilegales

M.PATRONES D.E.SILDE, VARDE, TADA, TIO 2 ug/ml.AC.N:H2O (50:50) MATRAZ: 23.05.14 VIAL23.05.14

Varde-2187 465 (4.022) Cm (464:466)

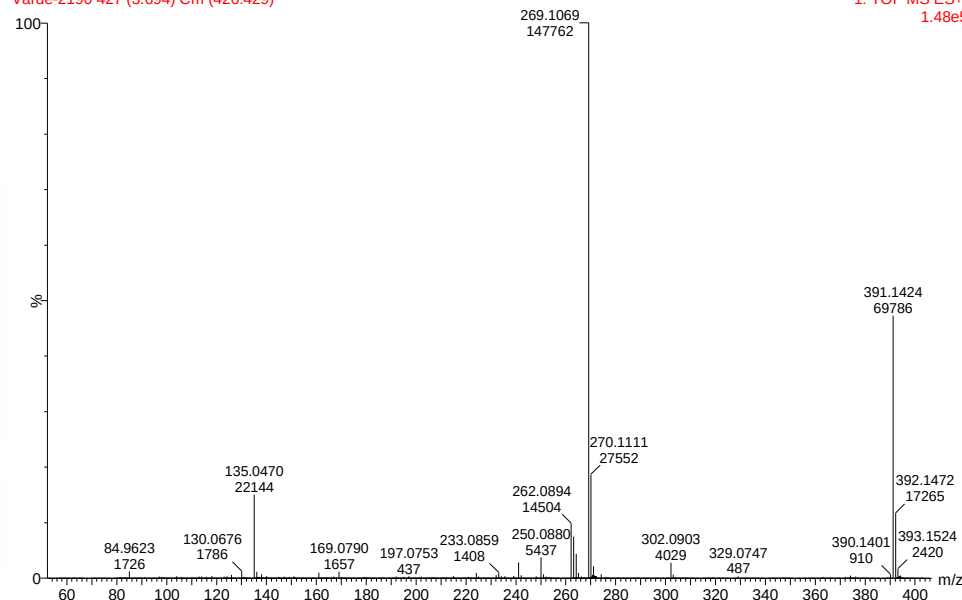
1: TOF MS ES+
7.78e4



TADALAFILO

Varde-2190 427 (3.694) Cm (426:429)

1: TOF MS ES+
1.48e5



MUESTRA
PROBLEMA



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

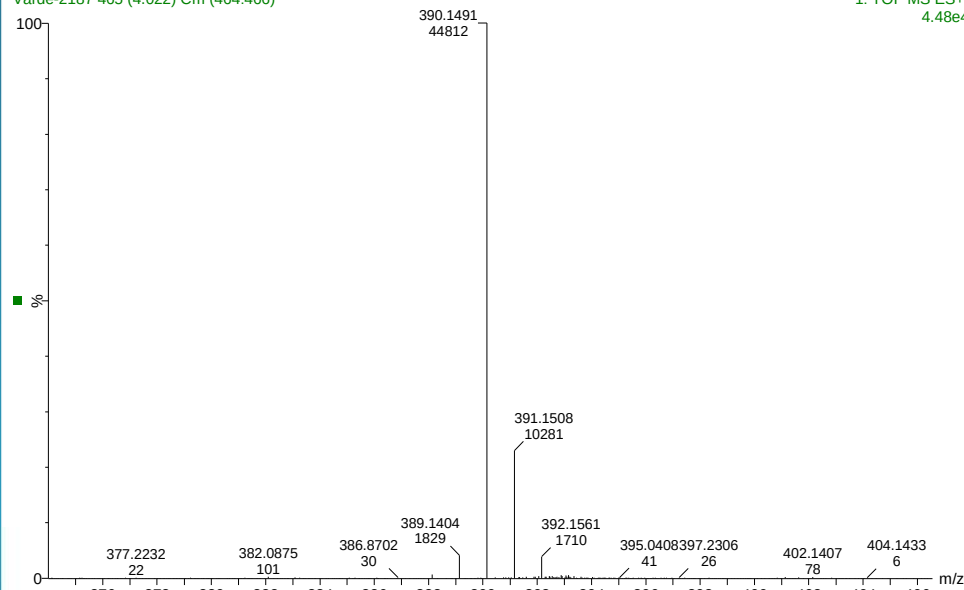


Laboratorio de Productos Ilegales

M.PATRONES D.E.SILDE, VARDE, TADA, TIO 2 ug/ml.ACN:H2O (50:50) MATRAZ: 23.05.14 VIAL23.05.14

Varde-2187 465 (4.022) Cm (464:466)

1: TOF MS ES+
4.48e4

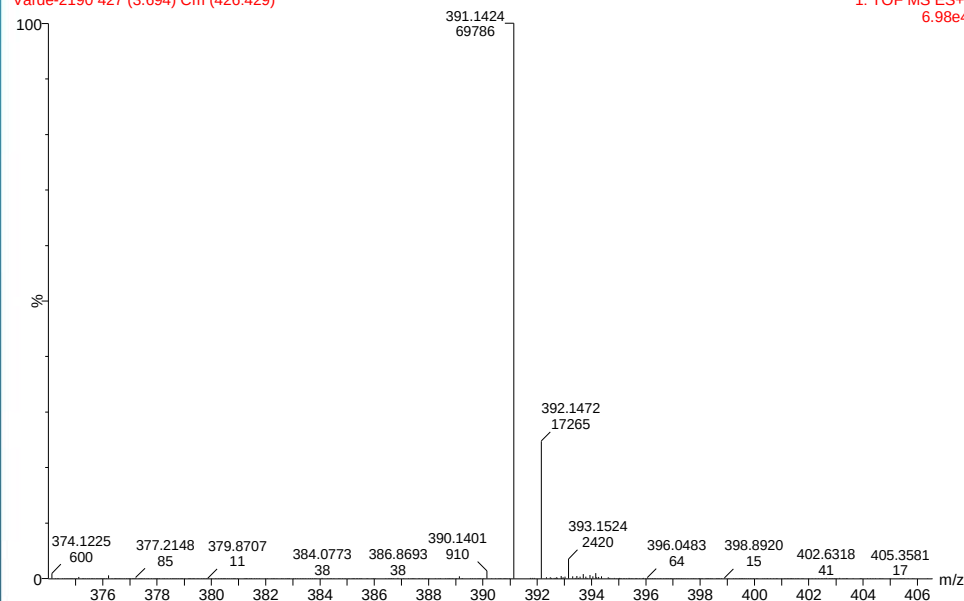


PERFIL ISOTOPICO DEL
PICO MOLECULAR (M+1)

TADALAFILO

Varde-2190 427 (3.694) Cm (426:429)

1: TOF MS ES+
6.98e4



MUESTRA
PROBLEMA



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

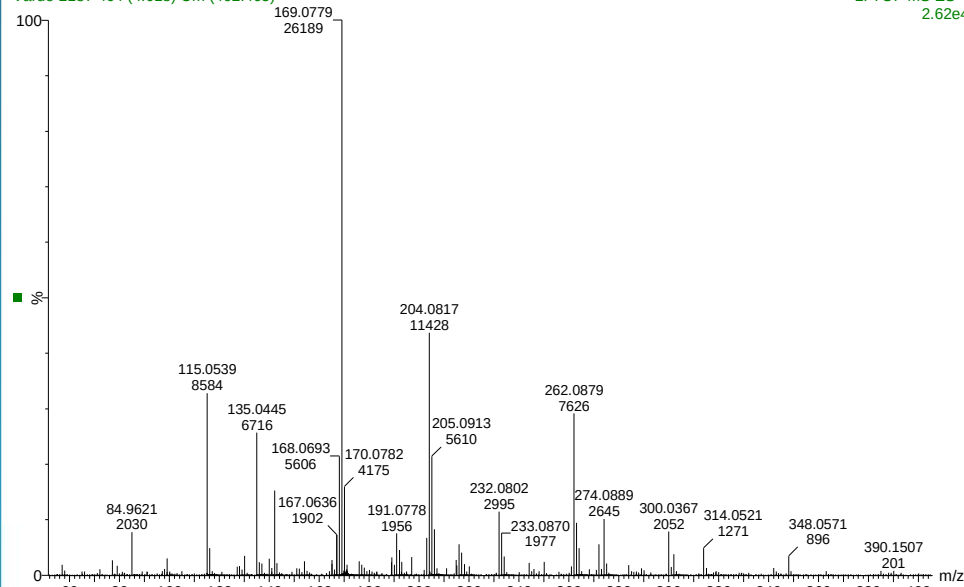


Laboratorio de Productos Ilegales

M.PATRONES D.E.SILDE, VARDE, TADA, TIO 2 ug/ml.ACN:H2O (50:50) MATRAZ: 23.05.14 VIAL23.05.14

Varde-2187 464 (4.018) Cm (462:465)

2: TOF MS ES+
2.62e4

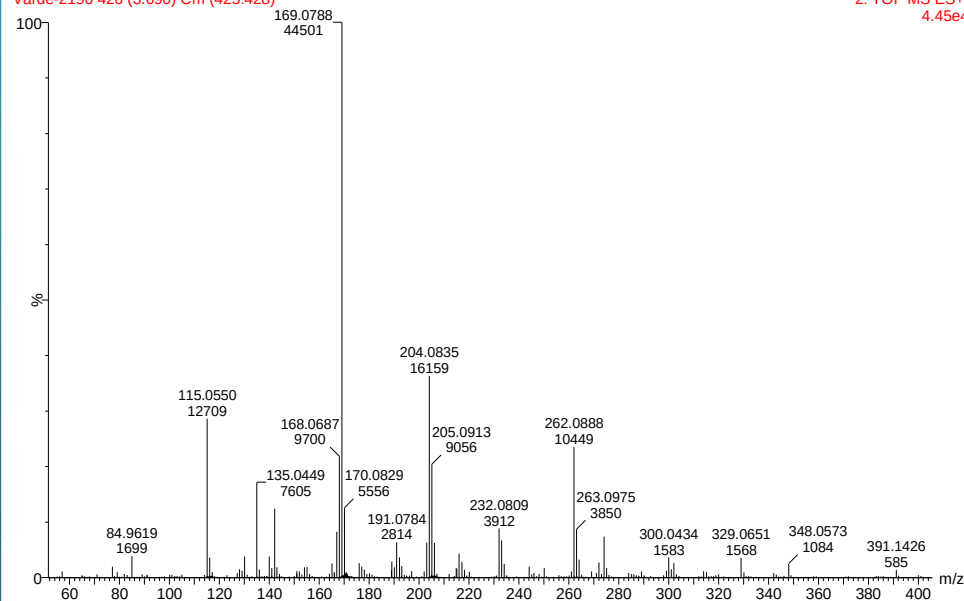


ESPECTROS
DE MASAS
(CON ENERGIA DE
COLISIÓN)

TADALAFILO

Varde-2190 426 (3.690) Cm (425:428)

2: TOF MS ES+
4.45e4



MUESTRA
PROBLEMA

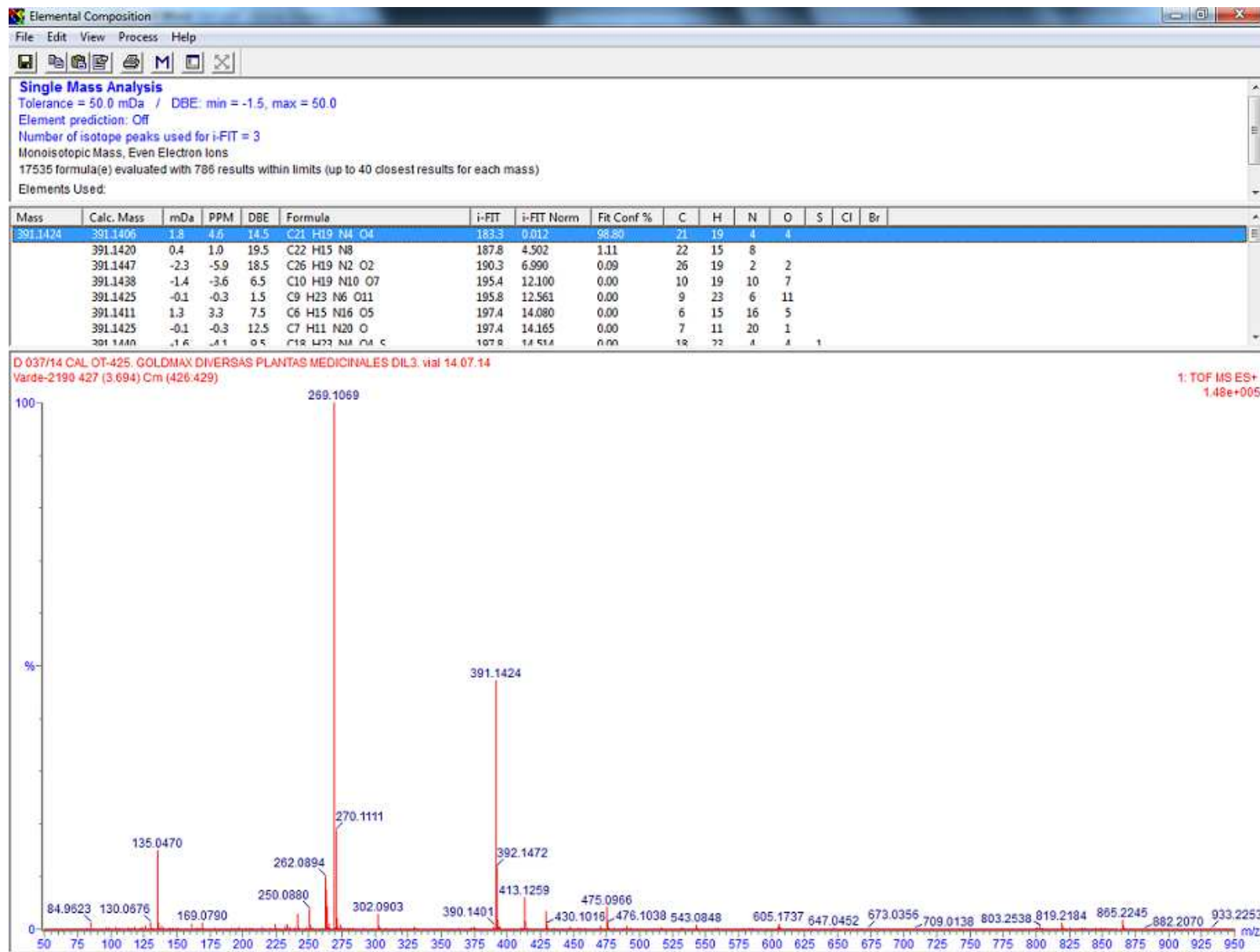


Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union



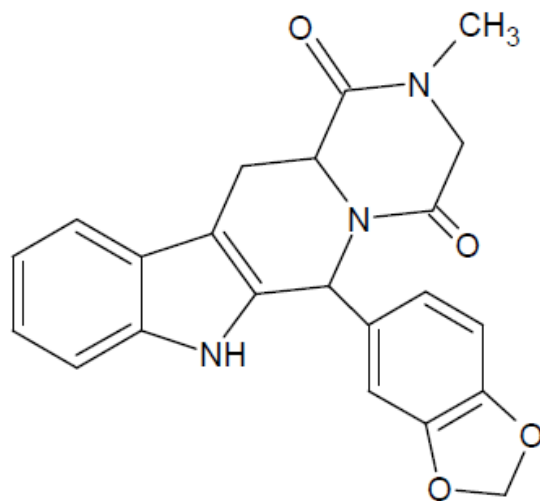
Laboratorio de Productos Ilegales

FORMULA EMPIRICA



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

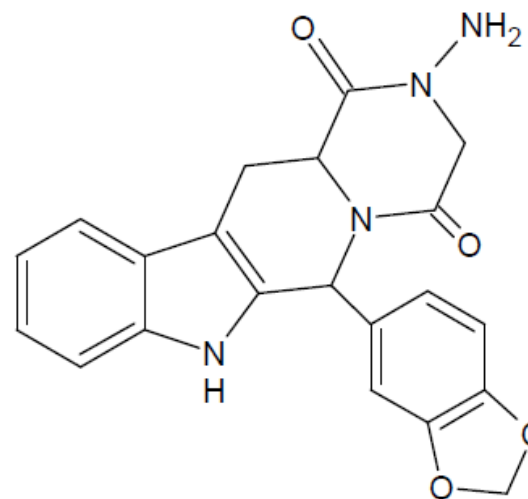
Laboratorio de Productos Ilegales



TADALAFILO

$C_{22}H_{19}N_3O_4$

M+1: 390.1454



AMINOTADALAFILO

$C_{21}H_{18}N_4O_4$

M+1: 391.1406

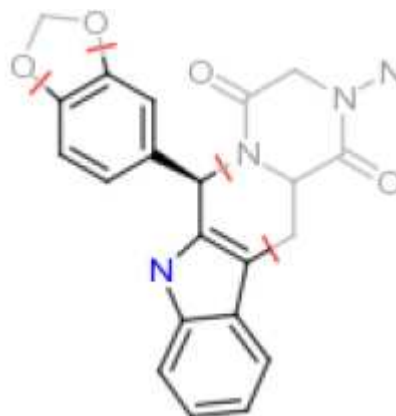


Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

PRINCIPALES FRAGMENTOS

COMUNES:



262.0868



204.0813



169.0766



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

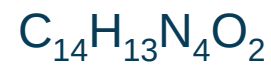
FRAGMENTOS DIFERENCIADORES

TADALAFILO



268.1086

AMINOTADALAFILO



269.1039



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

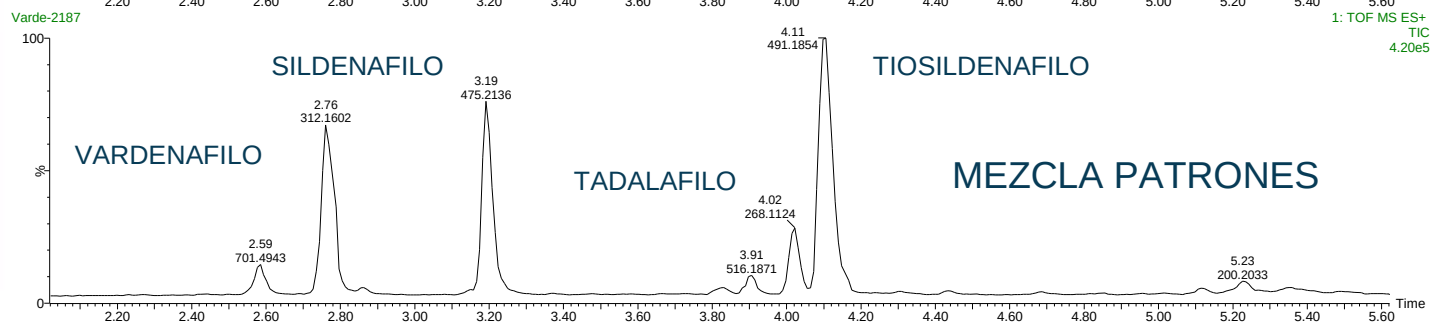
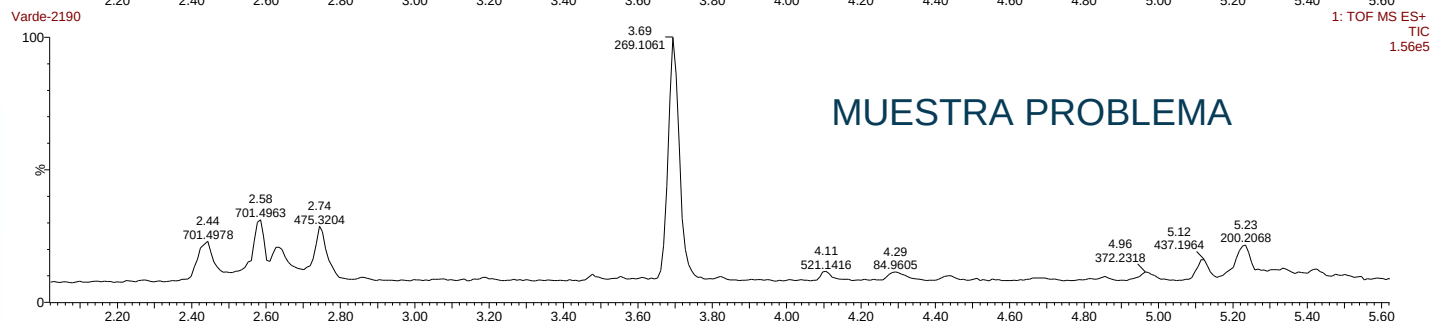
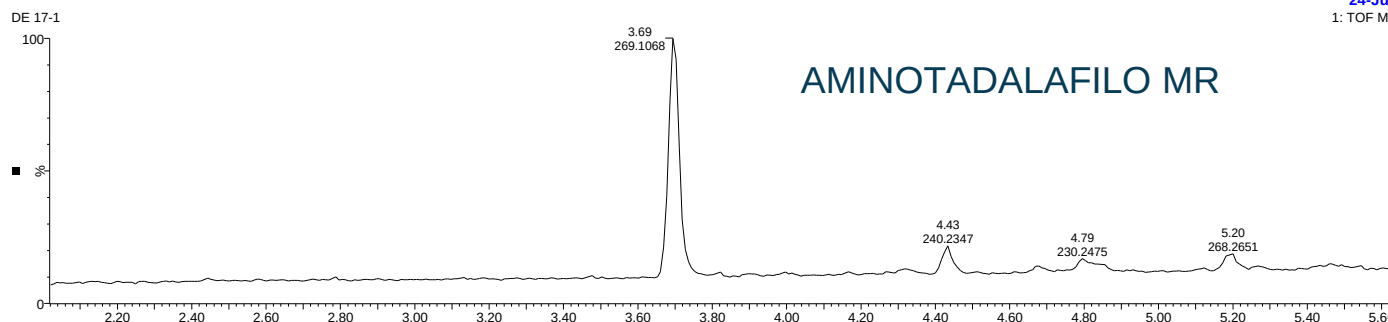
Se adquiere material de referencia:

AMINOTADALAFILO 238-1. 20ug . 24.07.14

24-Jul-2014 20:10:50

24-Jul-2014

1: TOF MS ES+
TIC
1.04e5



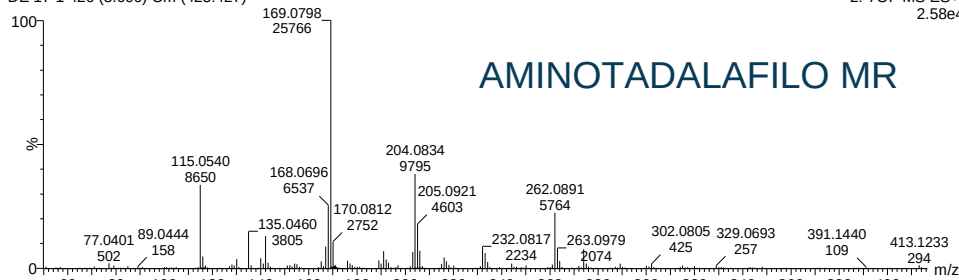
Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

AMINOTADALAFILO 238-1. 20ug . 24.07.14

DE 17-1 426 (3.690) Cm (425:427)

2: TOF MS ES+
2.58e4

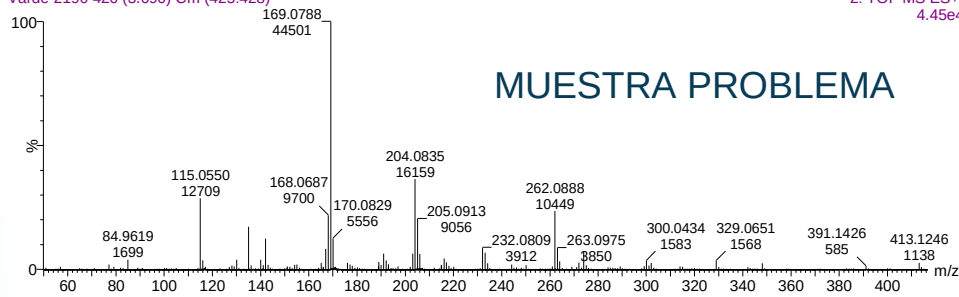


ESPECTROS
DE MASAS

(CON ENERGIA
DE COLISIÓN)

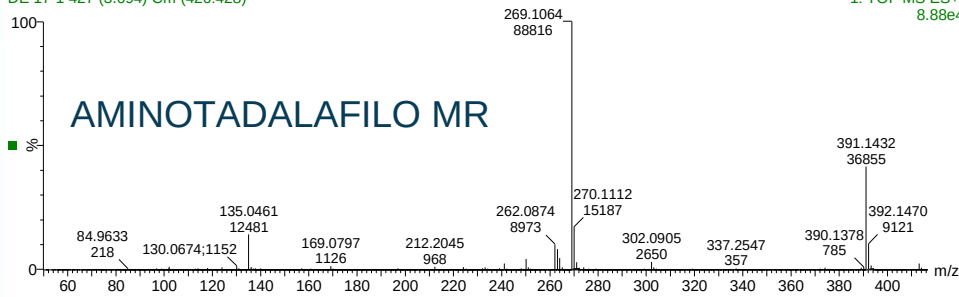
Varde-2190 426 (3.690) Cm (425:428)

2: TOF MS ES+
4.45e4



DE 17-1 427 (3.694) Cm (426:428)

1: TOF MS ES+
8.88e4

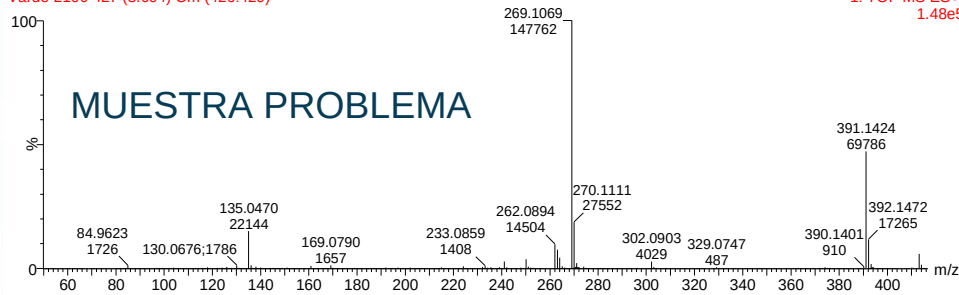


ESPECTROS
DE MASAS

(SIN ENERGIA
DE COLISIÓN)

Varde-2190 427 (3.694) Cm (426:429)

1: TOF MS ES+
1.48e5



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

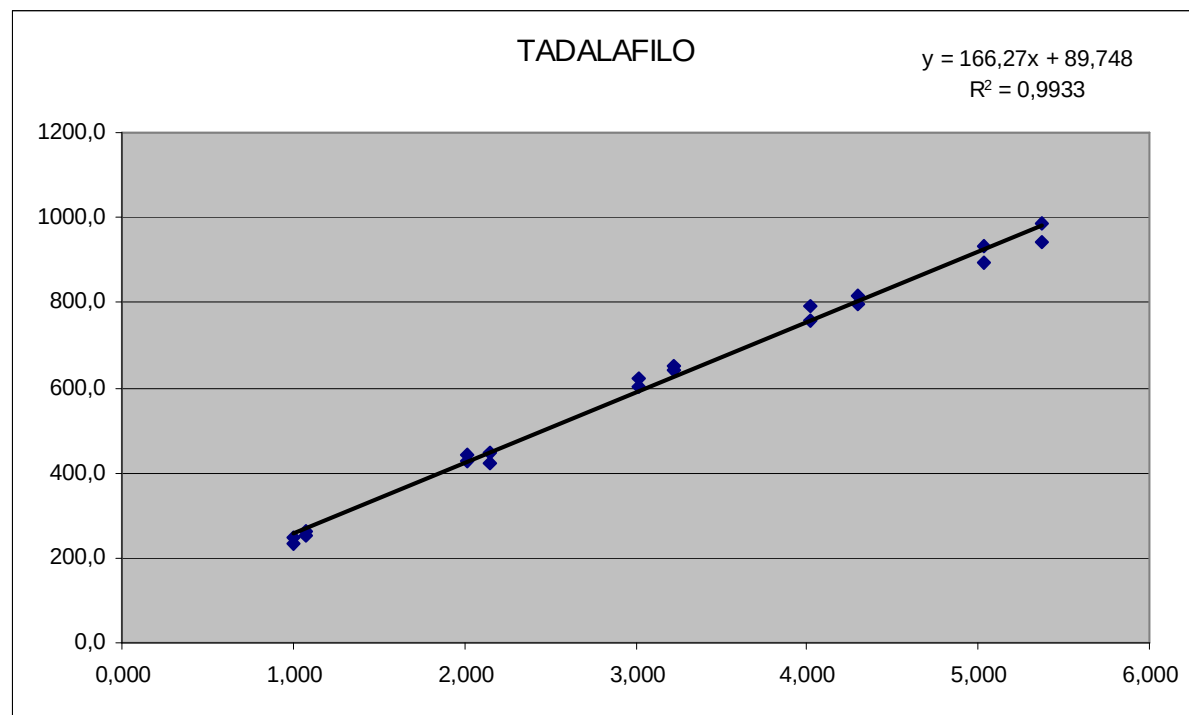
Laboratorio de Productos Ilegales

CUANTIFICACION DE AMINO TADALAFILO

Estimación utilizando tadalafilo (SQR de la Farmacopea Europea) como patrón

ESTUDIOS DE VALIDACION

Linealidad del método



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union

Laboratorio de Productos Ilegales

Determinación de contenido (6 muestras en condiciones de repetibilidad):

Código interno	Producto	Lote / Caducidad	Aminotadalafilo Resultados	Media	RSD / U
D 037/14 CAL	Goldmax Precinto nº 014434	----- / -----	17.2 mg/cap 17.6 mg/cap 17.3 mg/cap 17.3 mg/cap 18.2 mg/cap 19.3 mg/cap	17.8 mg/cap	4.6% / 3.7%

Recuperación (adición de tadalafilo por triplicado):

Código interno	Producto	Lote / Caducidad	Recuperación	RSD
D 037/14 CAL	Goldmax Precinto nº 014434	----- / -----	96.4% 93.5% 96.4% Media 95.4%	1.7%



Co-funded by
the Prevention of and Fight
against Crime Programme
of the European Union