

	<p>DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA</p> <p><b>DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICRO ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)</b></p>	<p>PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECIFICO</p> <p><b>P-DCF-ECT-FIS-54</b></p>
	<p>VERSION: 06</p>	<p>Rige desde: 27/06/2023</p>

<p><b>Elaborado o modificado por:</b></p> <p><b>Bach. Gustavo Chavarría Campos</b> Técnico Especializado 6, Sección de Pericias Físicas</p>	<p><b>Revisado por Líder Técnico:</b></p> <p><b>M. Sc. Steven Vargas Ramírez</b> Líder Técnico de Sección Pericias Físicas Unidad de Pólvora y Explosivos</p>
<p><b>Visto Bueno Encargado de Calidad:</b></p> <p><b>Bach. Jacqueline Chaves Vargas</b> Encargada de Calidad de la Sección de Pericias Físicas</p>	<p><b>Aprobado por:</b></p> <p><b>Licda. Kattia Saborío Chaverri</b> Jefatura, Sección de Pericias Físicas</p>

### CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitud o por
01	20/12/2017	24/02/2021	Versión Inicial del Procedimiento	029-17	KSC
02	24/02/2021	07/06/2021	Cambios relacionados con la utilización del equipo Microscopio infrarrojo Cary 610 para análisis por ATR.	006-21	KSC
03	07/06/2021	04/08/2021	Modificaciones relacionadas con medición de temperatura y humedad, así como con los criterios de aceptación y rechazo. Revisión general.	019-21	KSC



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES  
ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ)  
PODER JUDICIAL, COSTA RICA

**DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE  
HUMOS POR MICRO ESPECTROSCOPIA  
INFRARROJA (FT-IR)**

PROCEDIMIENTO DE  
OPERACIÓN NORMADO  
ESPECIFICO

**P-DCF-ECT-FIS-54**

VERSION: 06

Rige desde: 27/06/2023

PAGINA: 2 de 19

04	04/08/2021	10/06/2022	Se realizan cambios referentes a los términos conclusión e interpretación.	024-21	KSC
05	10/06/2022	27/06/2023	Cambio de formato a la versión vigente y registro de evaluación en criterios de aceptación y rechazo.	008-22	KSC
06	27/06/2023		Modificación de los puntos 4.1 Equipo, 4.2 Materiales y 7.1 y 7.2 eliminando todo lo relacionado con la preparación de las placas de vidrio y la obtención de muestras y montaje de partículas en la placa, lo cual se traslada a otro PON. Cambio de numeración de las notas (se elimina Nota 1 de la versión 05). Revisión general .	008-23	KSC

**ESTE PROCEDIMIENTO ES UN DOCUMENTO CONFIDENCIAL  
PARA USO INTERNO DEL DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES  
SE PROHÍBE CUALQUIER REPRODUCCIÓN QUE NO SEA PARA ESTE FIN**

**La versión oficial digital es la que se mantiene en la ubicación que la Unidad de Gestión de Calidad defina. La versión oficial impresa es la que se encuentra en la Unidad de Gestión de Calidad. Cualquier otro documento impreso o digital será considerado como copia no controlada**

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 3 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

## 1 Objetivo:

El objetivo de este PON es establecer el método de análisis para la determinación de pólvora libre de humos mediante micro espectroscopia infrarroja FT-IR.

## 2 Alcance:

Este procedimiento permite realizar la identificación de partículas de pólvora libre de humos parcialmente deflagrada o sin deflagrar por micro-espectroscopia infrarroja.

Esta metodología es aplicable a:

- Muestras o soportes que puedan contener residuos de disparo orgánicos, siempre que existan gránulos detectados mediante revelado de Griess modificado (muestras levantadas de los orificios de entrada de proyectiles balísticos en el cuerpo de los ofendidos así como en las muestras recolectadas en diversas superficies como ropas, automóviles, etc.).
- Muestras relacionadas con materiales de decomiso e indicios postexplosión siempre que se hayan detectado y caracterizado microscópicamente gránulos que se sospeche correspondan a pólvora libre de humos.

La metodología se encuentra validada según el informe de validación 001-FIS-VAL-2021 (revalidación de 026-FIS-VAL (1)-2017).

## 3 Referencias:

- 3.1** Álvarez, A.; Yáñez, J. "Screening of Gunshot Residue in Skin Using Attenuated Total Reflection Fourier Transform Infrared (ATR FT-IR) Hyperspectral Microscopy," *Appl. Spectrosc.* 74, 400-407 (2020). <https://doi.org/10.1177/0003702819892930>
- 3.2** American Society for Testing and Materials (2017). ASTM standard E2999–17 Standard Test Method for Analysis of Organic Compounds in Smokeless Powder by Gas Chromatography-Mass Spectrometry and Fourier Transform Infrared Spectroscopy.
- 3.3** Bueno, Justin & Sikirzhytski, Vitali & Lednev, Igor. (2013). ATR-FTIR Spectroscopy for Gunshot Residue Analysis: Potential for Ammunition Determination. *Analytical chemistry*. 85. 10.1021/ac4011843.
- 3.4** Burnett, Bryan & Nunziata, Felice & Gentile, Claudio. (2020). Examination of firearm gunpowders by scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray analysis. *Journal of Forensic Sciences*. 10.1111/1556-4029.14621.
- 3.5** Brożek-Mucha Z. Trends in analysis of gunshot residue for forensic purposes. *Anal Bioanal Chem.* 2017 Oct;409(25):5803-5811. doi: 10.1007/s00216-017-0460-1. Epub 2017 Jun 28. PMID: 28660338.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 4 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

- 3.6** Castro, K.; Fdez-Ortiz, S.; Astondoa, I.; Goñic, F.; & Madariaga J. (2011). Analysis of confiscated fireworks using Raman spectroscopy assisted with SEM-EDS and FTIR. *J. Raman Spectrosc.* 42, 2000-2005.
- 3.7** Dolinak, D., Wise, S. H., Curtiss, J. (2008) Microscopic and Spectroscopic Features of Gunpowder and its Documentation in Gunshot Wounds in Charred Bodies. *Am J Forensic Med Pathol*, 29, 312–319.
- 3.8** Informes de validación 026-FIS-VAL (1)-2017 y 001-FIS-VAL-2021.
- 3.9** López-López, M., Fernández de la Ossa, M., Sáiz Galindo, J., Ferrando, J., Vega, A., Torre, M., García-Ruiz, C. (2010). New protocol for the isolation of nitrocellulose from gunpowders: Utility in their identification. *Talanta* 81, 1742–1749.
- 3.10** López-López, Maria & García-Ruiz, Carmen. (2014). Recent non-chemical approaches to estimate the shooting distance. *Forensic science international*. 239C. 79-85. 10.1016/j.forsciint.2014.03.023.
- 3.11** Procedimiento para la caracterización morfológica de pólvora libre de humos mediante microscopia de luz, versión vigente.
- 3.12** Procedimiento de para la determinación de residuos de disparo en ropas y superficies varias, versión vigente.
- 3.13** Procedimiento para la identificación de pólvora libre de humos por GC/MS, versión vigente.
- 3.14** Procedimiento para el uso y manejo del microscopio infrarrojo, Agilent modelo 660 con microscopio infrarrojo acoplado modelo Cary 610, versión vigente
- 3.15** Ryland, S. G., 'Infrared Microspectroscopy of Forensic Paint Evidence', in *Practical Guide to Infrared Microspectroscopy*, Humecki, H. J. (Ed.), Marcel Dekker, New York, 1995, pp. 163–243
- 3.16** Sharma, SP; Lahiri, SC. (2009). A preliminary investigation into the use of FTIR microscopy as a probe for the identification of bullet entrance holes and the distance of firing. *Sci Justice*. Sep 49(3),197-204.
- 3.17** SWGFEX (2006). Smokeless Powders Database. <http://www.ilrc.ucf.edu/powders/>. Consultada el 06 de diciembre de 2017

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 5 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

## 4 Equipos y Materiales:

### 4.1 Equipo

- Computadora con acceso a la herramienta digital de las Unidades de PEX y QAR (SIDIPEX).
- Microscopio infrarrojo Cary 610 para análisis por ATR, equipado con:
  - Accesorio de micro ATR de punta de diamante
  - Accesorio de micro ATR de punta de germanio
  - Computadora equipada con el software Resolutions Pro, con la versión más actualizada según posibilidades del laboratorio, las características mínimas de la computadora estarán definidas por la versión más actualizada del software instalado.
  - Detector MCT
  - Suministro de nitrógeno líquido

### 4.2 Materiales:

- [Cinta adhesiva de cualquier tipo](#)
- Lentes de seguridad
- Formulario de análisis de residuos de disparo en ropas y superficies varias, versión vigente
- Formulario de análisis químico de explosivos, versión vigente
- Frasco Dewar para nitrógeno líquido de 10L y 1L, o similares
- Gabacha de manga larga
- Guantes desechables de nitrilo
- Guantes para manejo de nitrógeno
- Libro de control de uso del microscopio FT-IR, marca Agilent modelo 660 con microscopio infrarrojo acoplado modelo Cary 610
- Papel óptico marca Fisher Scientific, número de catálogo 11997 o similar

## 5 Reactivos y Materiales de Referencia:

### 5.1 Reactivos:

- Isopropanol grado reactivo (IPA)
- Nitrógeno líquido (contenido en frasco Dewar)

### 5.2 Materiales de referencia

- Material de Referencia de poliestireno (lámina, no certificado)

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 6 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)		P-DCF-ECT-FIS-54

## 6 Condiciones Ambientales:

No.	Condición ambiental	Valor mínimo	Valor máximo	Otras características
1	Ver texto en 6.1 y 6.2	Ver texto en 6.1	Ver texto en 6.1	Ver texto en 6.1 y 6.2

**6.1** Como personal técnico encargado de la ejecución del presente procedimiento, verifique el cumplimiento del control, monitoreo y registro de las condiciones ambientales (temperatura y humedad) para el uso del equipo de Microscopio infrarrojo Cary 610 para análisis por ATR. Según lo indicado en el apartado 6 del "Procedimiento para el uso y manejo del microscopio infrarrojo, Agilent modelo 660 con microscopio infrarrojo acoplado modelo Cary 610", versión vigente

**6.2** No se han identificado factores ambientales que comprometan la estabilidad de la pólvora libre de humos en las condiciones típicas del laboratorio, por lo que en el SIDIPEX y en los formularios de análisis no es requerido incluir el dato específico de la temperatura y humedad.

## 7 Procedimiento:

Para la aplicación de este procedimiento se debe hacer uso de gabacha, lentes de seguridad (para la carga de nitrógeno) y guantes desechables de nitrilo.

Nota 1: Este procedimiento se debe llevar a cabo para:

- Todos los casos con láminas positivas para el revelado de Griess modificado, con aparentes partículas de pólvora; según el Procedimiento de determinación de residuos de disparo en ropas y superficies varias, versión vigente.
- Cuando requiera caracterizarse gránulos de aparente pólvora libre de humos en materiales de decomiso e indicios postexplosión relacionados con explosivos bajos.

**7.1** Recarga de nitrógeno líquido, encendido, preparación y verificación del equipo

**7.1.1** Para recargar con nitrógeno líquido el equipo, refiérase al "Procedimiento para el uso y manejo del espectrofotómetro Cary 660 con microscopio infrarrojo Cary 610 para análisis por ATR", en el punto "Recarga de N<sub>2</sub> (l)".

**7.1.2** Para el encendido, preparación y verificación del equipo con el material de referencia de poliestireno, refiérase al "Procedimiento para el uso y manejo del espectrofotómetro Cary 660 con microscopio infrarrojo Cary 610 para análisis por ATR", en el punto "Encendido, preparación y verificación del equipo".

**7.2** Obtención de espectros para las partículas seleccionadas

**7.2.1** Seleccione en el software Resolutions Pro, la ventana "File", luego dé clic en la opción "New" y luego en "Multi-Spectral Document".

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 7 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)		P-DCF-ECT-FIS-54

Nota 2: Después de realizar la primera lectura, el software solicitará el nombre de la carpeta. En la misma se incluirán todos los espectros deseados.

- 7.2.2** Oprima el botón "Background" del menú principal ubicado en la parte lateral derecha del software, para iniciar la lectura de la señal de fondo. Esto también puede realizarse seleccionando el ícono "Collect Background" . Indique el área de apertura utilizada.
- 7.2.3** Limpie el accesorio de micro ATR a utilizar con papel óptico e isopropanol (IPA), para lo cual se humedece el papel y se frota suavemente sobre la punta.
- 7.2.4** Coloque el accesorio de micro ATR, introduciéndolo totalmente en el espacio respectivo bajo el objetivo del microscopio (ver Anexo 01, acople para el accesorio ATR).
- 7.2.5** Coloque el soporte de la muestra (placa de vidrio con la(s) partícula(s), previamente obtenidas según el Procedimiento para la caracterización morfológica de pólvora libre de humos mediante microscopia de luz versión vigente), en el dispositivo para muestras, utilice cinta adhesiva para fijar la placa de vidrio de modo que esta no se afecte por los movimientos provocados por la presión ejercida con el ATR.
- 7.2.6** Deslice hacia afuera el accesorio de micro ATR hasta sentir un "clack", con eso queda libre el objetivo para visión directa.
- 7.2.7** Mueva el carro hasta colocar en posición el objetivo 4X.
- 7.2.8** Encienda el botón "Stop/View" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio.
- 7.2.9** Enfoque la zona de la muestra que desea leer, asegurándose que quede cubierta por el área de apertura definida en el blanco, de lo contrario, cambie la apertura y repita el fondo según el punto 7.2.2.
- 7.2.10** Deslice hacia adentro el accesorio micro ATR hasta escuchar un "clack" y gírelo hasta la posición de funcionamiento.
- 7.2.11** Seleccione en el menú, el ícono "Monitor Live Spectrum" . Mueva la platina hacia arriba hasta observar el espectro en tiempo real, esto indica que se logró el contacto y presión entre la punta del ATR y la muestra.
- 7.2.12** Oprima el botón denominado "Scan" ubicado en la parte lateral derecha de la ventana del "Monitor Live Spectrum". O bien, seleccione el ícono "Collect Sample"  ubicado en el menú principal.
- 7.2.13** Mueva la platina hacia abajo después de obtener el espectro liberando así la muestra.
- 7.2.14** Asegúrese de limpiar cuidadosamente el accesorio de micro ATR al cambiar de muestra o caso, refiérase al punto 7.2.3 del presente procedimiento.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 8 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

**7.2.15** Enfoque una zona aleatoria de la cinta donde se adhiere la partícula para obtener el espectro de la misma. Repita el procedimiento como se indicó en los puntos del 7.2.6 al 7.2.14.

**7.2.16** Retire totalmente el accesorio de micro ATR del objetivo del microscopio y almacénelo en el lugar que se tiene asignado.

**7.2.17** Retire la placa de vidrio del soporte del instrumento y deseche la muestra.

**7.2.18** Seleccione la opción "File" en el menú principal, luego "Save As" y guarde la carpeta con los espectros obtenidos.

### 7.3 Procesamiento de los espectros:

**7.3.1** Para realizar el procesamiento de los espectros, refiérase al "Procedimiento para el uso y manejo del espectrofotómetro Cary 660 con microscopio infrarrojo Cary 610 para análisis por ATR", en el apartado "Análisis, procesamiento e impresión de espectros".

**7.3.2** Imprima los espectros de cada muestra, así como el espectro de la cinta doble cara y adjúntelos al legajo físico y/o digital según corresponda.

**7.3.3** En el espectro de la muestra, adjunto al legajo, identifique y resalte las bandas correspondientes a las vibraciones más características de los grupos nitro en los ésteres nitrados (nitroglicerina/nitrocelulosa) según el dispositivo ATR utilizado:

Bandas vibracionales	Ámbito de números de onda para ATR de germanio ( $\text{cm}^{-1}$ )	Ámbito de números de onda para ATR de diamante ( $\text{cm}^{-1}$ )
Estiramiento asimétrico $\text{NO}_2$	1625-1652	1621-1641
Estiramiento simétrico $\text{NO}_2$	1270-1279	1267-1276
Estiramiento N-O	813-840	805-833
Aleteo $\text{NO}_2$	740-751	737-749

**7.3.4** Si fuera necesario para la identificación, revise otras bandas de interés a aproximadamente  $1455 \text{ cm}^{-1}$  ( $\text{CH}_2$  tijeeteo),  $1383 \text{ cm}^{-1}$  (C-H tijeeteo), ( $1162, 1119, 1074, 1024, 1002$ )  $\text{cm}^{-1}$  (estiramiento C-O) (ver Anexo 02: Espectros FT-IR (ATR) de partículas de pólvora libre de humos deflagradas o parcialmente deflagradas). En caso de lacas de nitrocelulosa (de un origen no propelente o no asociable con residuos de disparo orgánicos), compruebe las bandas a  $1550 \text{ cm}^{-1}$  y a  $815 \text{ cm}^{-1}$  aproximadamente, las cuales se relacionan con azocompuestos que pueden estar presentes en pinturas (interferencias, ver Anexo 03: Espectros infrarrojos para laca acrílica nitrocelulosa).

**7.3.5** Con base en el resultado de la identificación por micro FT-IR (positivo/negativo), complete el Formulario de análisis de residuos de disparo

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 9 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

en ropas y superficies varias o el Formulario de análisis químico de explosivos versión vigente, (según corresponda) para las muestras en cuestión.

Nota 3: Al presentarse una dificultad temporal con el SIDIPEX en el caso del Formulario digital de análisis de residuos de disparo en ropas y superficies varias, o cualquier otra circunstancia que impida el acceso a la herramienta, de forma tal que no permita registrar la información técnica de los casos para la generación del Formulario de análisis, se debe emplear para todos los registros técnicos de este PON el formulario Análisis de residuos de disparo en ropas y superficies varias, versión vigente descargado del Gestor Documental.

**7.3.6** Como persona usuaria del equipo, almacene los espectros en formato bsp (procesable) y PDF en los dispositivos de almacenamiento destinados para este fin que se encuentran en una ubicación controlada.

## 8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

No.	Criterio de Aceptación	Valor límite			Corrección Aplicable
1	Se aceptan los resultados en donde los números de onda de los picos por vibración del grupo nitro (-NO <sub>2</sub> ) (estiramiento asimétrico, estiramiento simétrico y aleteo) y la banda correspondiente al estiramiento N-O, estén presentes en el espectro y al menos tres de los cuatro bandas se mantengan en los intervalos señalados como valor límite.	Bandas vibracionales	Ámbito de números de onda para ATR de germanio (cm <sup>-1</sup> )	Ámbito de números de onda para ATR de diamante (cm <sup>-1</sup> )	Considere que existen partículas de laca de nitrocelulosa, que puede tener señales que se confundan con las señales obtenidas para los gránulos de pólvora libre de humos; sin embargo, este tipo de partículas podrían presentar dos picos característicos a aproximadamente 1550 cm <sup>-1</sup> y a 815 cm <sup>-1</sup> los cuales corresponden al enlace -N=N-, presente en los azo pigmentos; también podrían descartarse o distinguirse a partir de la morfología del material analizado.
		Estiramiento asimétrico NO <sub>2</sub>	1625-1652	1621-1641	
		Estiramiento simétrico NO <sub>2</sub>	1270-1279	1267-1276	
		Estiramiento N-O	813-840	805-833	
		Aleteo NO <sub>2</sub>	740-751	737-749	
2	Se aceptan aquellos resultados donde la señal del control negativo sea nula o a nivel de ruido para los picos señalados en el	No debe generarse error tipo I (α o falso positivo)			Si se obtienen señales de interés (asociadas con los grupos nitro de los ésteres nitrados) en el control negativo: <ul style="list-style-type: none"> <li>Repita el espectro de la cinta doble</li> </ul>

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 10 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)		P-DCF-ECT-FIS-54

No.	Criterio de Aceptación	Valor límite	Corrección Aplicable
	criterio No. 1 de este cuadro.		<ul style="list-style-type: none"> <li>• cara</li> <li>• Cambie la cinta doble cara</li> </ul>
3	Se considera que no hay suficiente información para la identificación de ésteres nitrados, cuando se verifique que al presionar la partícula con la punta de germanio o diamante la partícula se fragmenta y se separa, obteniéndose el espectro de la cinta y no de la muestra.	No aplica	<p>En estos casos obtenga el espectro de otra partícula dentro de la población de interés (si es factible) o, en caso contrario, realice alguna otra prueba para verificar que la(s) partícula(s) correspondan a pólvora libre de humos.</p> <p>Lo anterior cuando en el conjunto de pruebas realizadas, el análisis morfológico de las partículas no aporte elementos contundentes para la identificación.</p>
4	Se considera que no hay suficiente información para la identificación de ésteres nitrados, cuando la partícula presenta demasiados restos de cinta, los cuales, imposibilitan que la punta de germanio o diamante llegue a la misma.		
5	Otros criterios de aceptación y rechazo relacionados con la verificación inicial del instrumento y con el ámbito e intensidad de transmitancia se definen en el "Procedimiento para el uso y manejo del microscopio infrarrojo, Agilent modelo 660 con microscopio infrarrojo acoplado modelo Cary 610", versión vigente.		

Nota 4: Para dejar evidencia de la revisión del cumplimiento de los criterios de aceptación y rechazo, es necesario incluir de manera explícita los criterios evaluados y el resultado de su evaluación (Ver Anexo 04). Para esto se debe agregar un cuadro de texto que incluya los siguientes puntos en cada uno de los espectros obtenidos:

- Ámbito de números de onda para ATR de diamante (cm-1)
- Estiramiento asimétrico NO2 1621-1641. Resultado: Cumple/No cumple
- Estiramiento simétrico NO2 1267-1276. Resultado: Cumple/No cumple
- Estiramiento N-O 805-833. Resultado: Cumple/No cumple
- Aleteo NO2 737-749. Resultado: Cumple/No cumple
- Al menos 3 de las 4 bandas se mantienen en los intervalos señalados: Cumple/no cumple
- Evaluado y verificado por: Perito encargado

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 11 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

## 9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

N/A

## 10 Reporte de Análisis y Resultados:

Se deben tomar en cuenta todos los resultados de los análisis realizados a la(s) partículas ya que la prueba de micro-espectroscopía infrarroja por sí sola no genera una identificación definitiva, si no que debe estar acompañada de al menos otra prueba más, por lo que una vez obtenido el espectro infrarrojo de la muestra en cuestión, es necesario realizar al menos una de las siguientes:

- TLC: si se cuenta con suficiente muestra, se puede realizar un TLC de acuerdo con el PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFIA DE CAPA FINA.
- SEM-EDX: Aunque es menos usual, valore el análisis por SEM-EDX (por ejemplo cuando hay una sola partícula y los resultados por FT-IR y microscopio de luz son insuficientes), según el PROCEDIMIENTO PARA USO GENERAL DEL SEM-EDX.
- GC-MS: en caso que la cantidad de muestra lo permita se puede realizar un análisis por cromatografía de gases, en el alcance de la determinación de material explosivo (se excluyen los casos cuyo propósito pericial es la determinación de distancia de disparo), de acuerdo con el PROCEDIMIENTO PARA LA IDENTIFICACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR GC/MS.

El conjunto de resultados de las dos técnicas, aunado al resultado micro-morfológico, permite señalar si se trata de una partícula de pólvora deflagrada o sin deflagrar, o bien descartar el material cuando se confirme que se trata de restos de pintura con nitrocelulosa.

## 11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

El nitrógeno líquido, es extremadamente frío (-195,8 °C a una presión de una atmósfera) y puede causar quemaduras. Cuando trabaje con nitrógeno líquido utilice el equipo de protección adecuado (guantes para manejo de nitrógeno, gabacha, lentes) y evite el contacto con la piel.

Utilice guantes de nitrilo para la manipulación de las placas de vidrio y limpieza del ATR.

## 12 Simbología:

%:	Porcentaje
°C	Grado Celsius
ATR:	Reflectancia total atenuada
cm <sup>-1</sup>	Símbolo de centímetro recíproco
cm	Centímetro
DCF:	Departamento de Ciencias Forenses
FT-IR:	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier
L:	Litro

P-DCF-GCG-JEF-001-R3, Versión 01

Emitido y Aprobado por Unidad de Gestión de Calidad

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 12 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

N/A:	No aplica
MCT	Detector del microscopio de Teluro de mercurio-cadmio
mm	milímetro
N <sub>2</sub> (l)	Nitrógeno líquido
NO <sub>2</sub>	Grupo nitro, en este caso en el contexto de nitrocompuestos
N-O	Enlace de valencia nitrógeno-oxígeno en el contexto de nitrocompuestos
PON:	Procedimiento de operación normado
SCD:	Solicitud de cambio documental
SGC:	Sistema de Gestión de la Calidad
SIDIPEX	Sistema Digital de PEX y QAR- Pericias Físicas
UGC:	Unidad de Gestión de Calidad
TLC:	Cromatografía de capa fina
GC-MS:	Cromatógrafo de gases con detector de masas.
SEM-EDX:	Microscopía de barrido electrónico con analizador de energía dispersiva de rayos X

### 13 Terminología:

Espectro:	El espectro IR de una muestra es una gráfica de la cantidad de energía IR (eje y) que es absorbida a determinadas frecuencias (eje x) en la región infrarroja del espectro electromagnético.
Resolutions Pro	Aplicación de computadora que funciona como interfase de usuario para controlar el funcionamiento completo del FT-IR.
Pólvora libre de humos	Mezcla explosiva utilizada en la fabricación de cartuchos para armas de fuego. Esta puede ser clasificada en tres clases dependiendo de su composición: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Pólvora de base doble: compuesta por nitrocelulosa, estabilizantes, plastificantes y otros aditivos.</li> <li>• Pólvora de base doble: compuesta por nitrocelulosa, nitroglicerina estabilizantes, plastificantes y otros aditivos.</li> <li>• Pólvora de base triple: compuesta por nitrocelulosa, nitroglicerina, nitroguanidina, estabilizantes, plastificantes y otros aditivos.</li> </ul>
Reflectancia total atenuada (o reflexión interna)	Se produce cuando radiación infrarroja entra en el cristal transmisor, el cual está diseñado para permitir una reflexión interna total que crea una onda evanescente. Esta onda se extiende a la muestra que se mantiene en contacto íntimo con el cristal, registrándose el espectro infrarrojo del analito.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 13 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

#### 14 Anexos

No. de Anexo	Nombre del Anexo
01	Diagrama del microscopio marca Agilent, modelo Cary 610 y espectrofotómetro, modelo Cary 660.
02	Espectros FT-IR (ATR) de partículas de pólvora libre de humos parcialmente deflagradas.
03	Espectros infrarrojos para laca acrílica nitrocelulosa.
04	Ejemplo de evaluación de cumplimiento de criterios de aceptación y rechazo de espectros IR para ésteres nitrados

COPIA NO CONTROLADA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 14 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

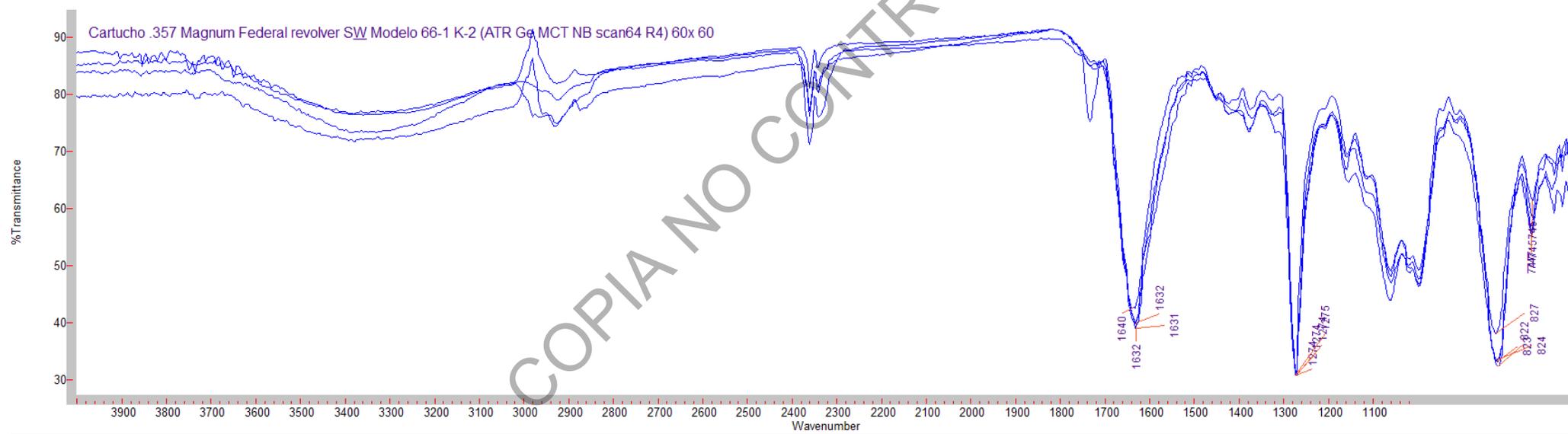
**Anexo 01**  
**Diagrama del microscopio marca Agilent, modelo Cary 610 y**  
**espectrofotómetro, modelo Cary 660.**



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 15 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

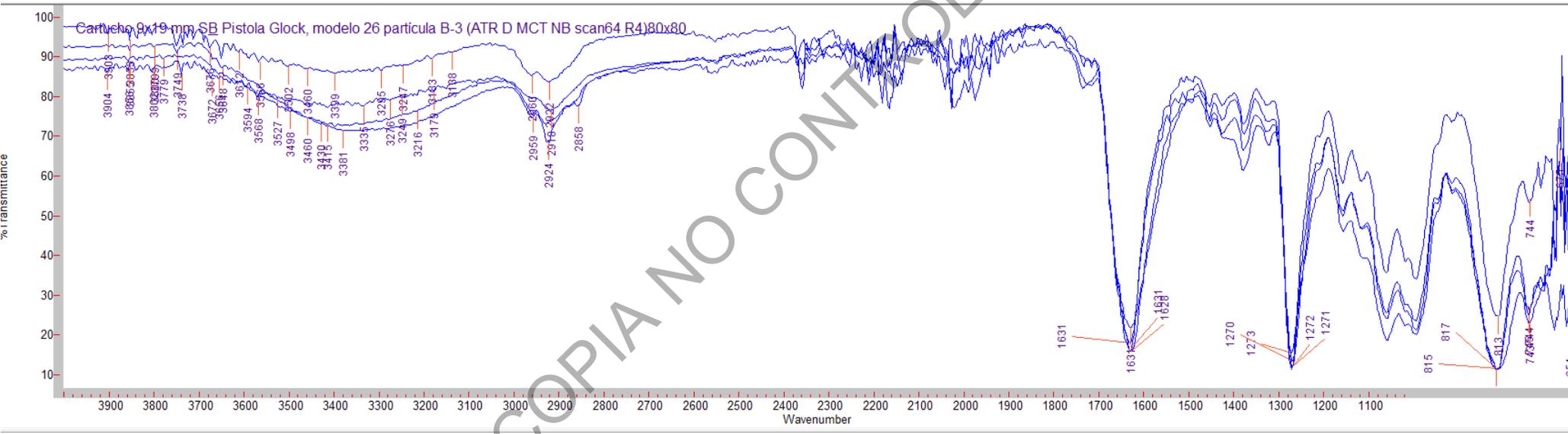
**Anexo 02**  
**Espectros combinados FT-IR (ATR) de partículas de pólvora libre de humos parcialmente deflagradas.**

Punta ATR de Germanio



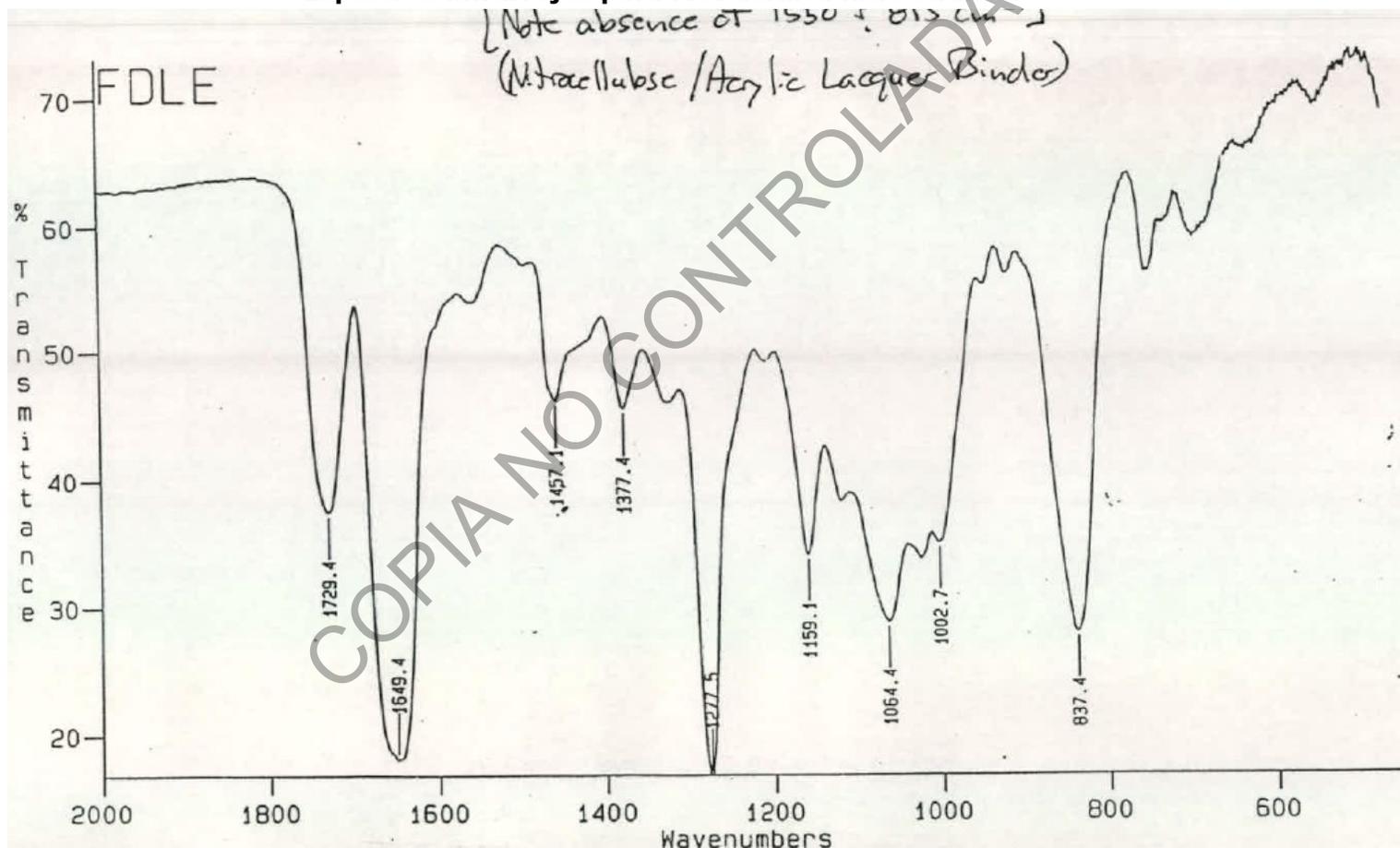
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 16 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)		P-DCF-ECT-FIS-54

Punta ATR de Diamante

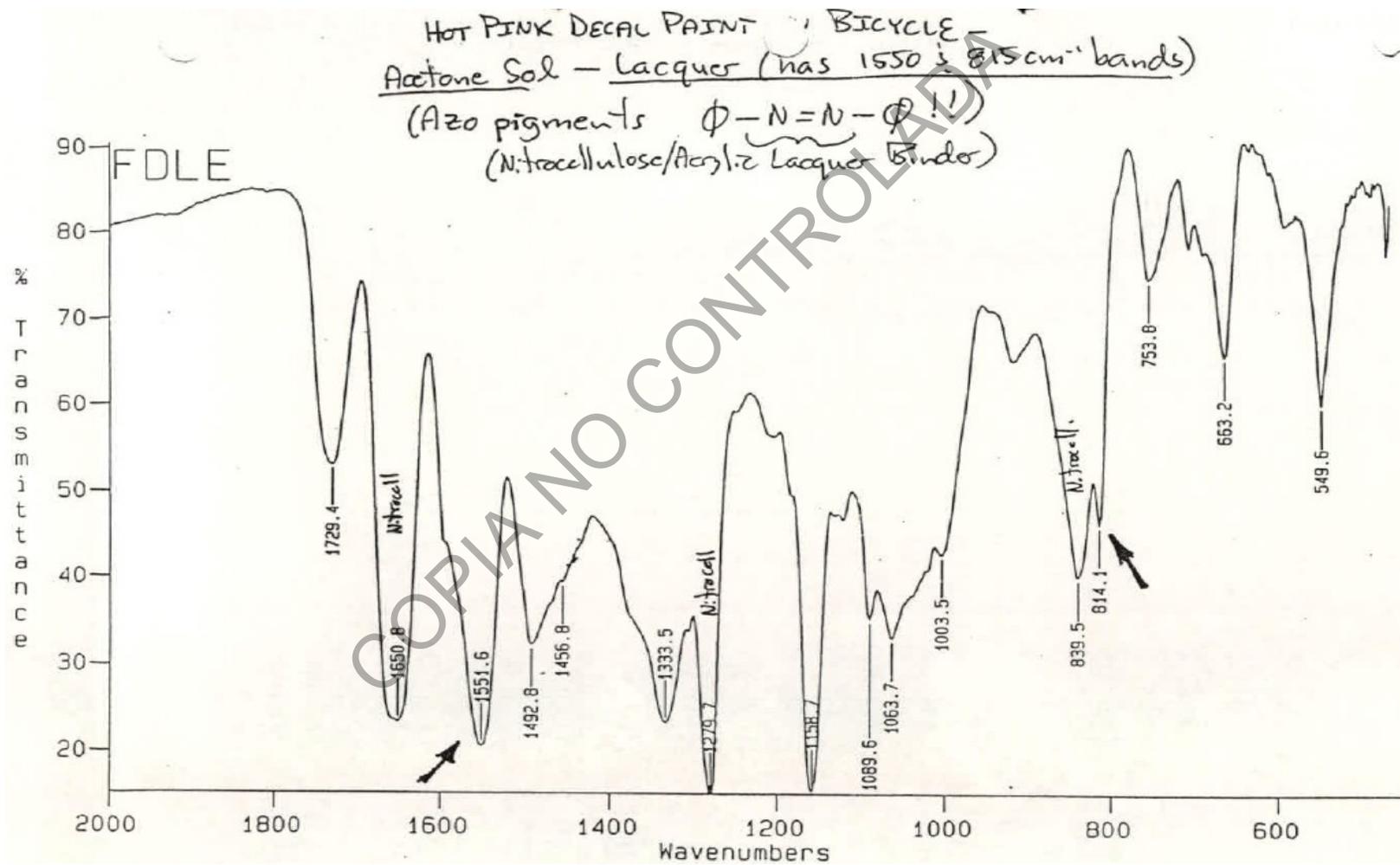


DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 17 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

**Anexo 03**  
**Espectros infrarrojos para laca acrílica nitrocelulosa**



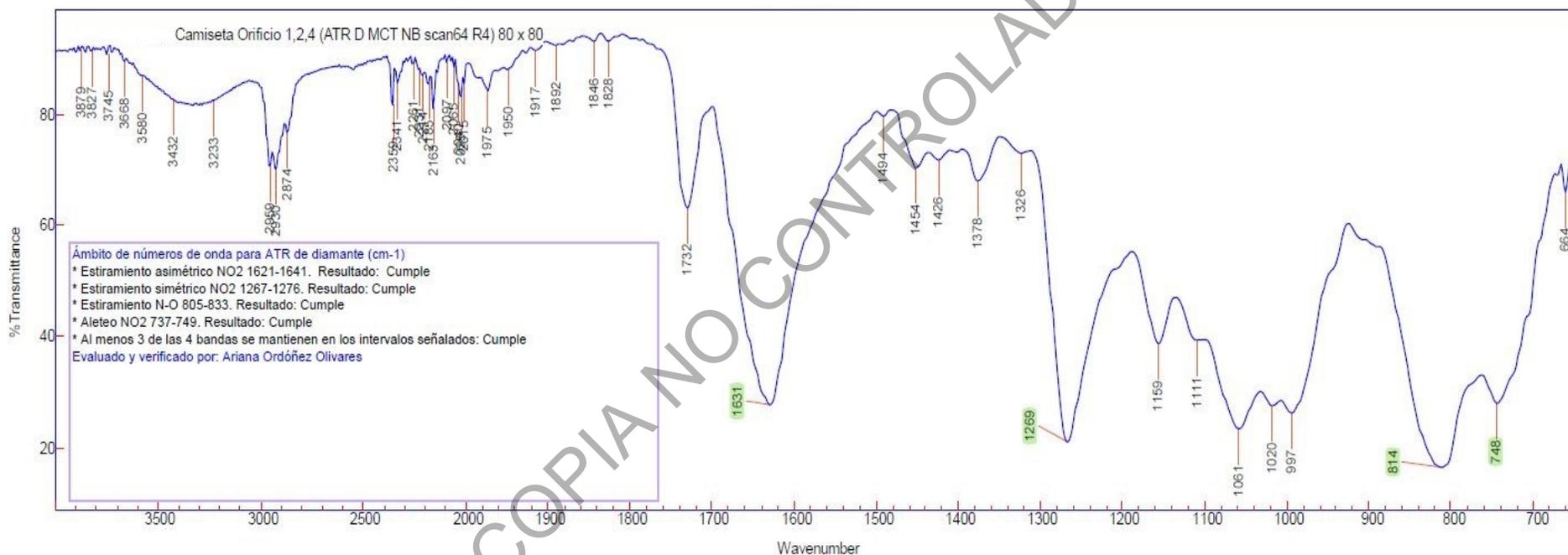
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 18 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 19 de 19
DETERMINACIÓN DE PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR MICROS ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	P-DCF-ECT-FIS-54	

### Anexo 04

#### Ejemplo de evaluación de cumplimiento de criterios de aceptación y rechazo de espectros IR para ésteres nitrados



Equipo: Microscopio infrarrojo marca Agilent, modelo Cary 610, PJ: 736920

Thursday, March 24, 2022 10:16:01

GUSTAVO ADOLFO  
CHAVARRIA CAMPOS (FIRMA)

Firmado digitalmente por GUSTAVO  
ADOLFO CHAVARRIA CAMPOS (FIRMA)  
Fecha: 2022.03.24 10:49:22 -06'00'

ARIANA ORDOÑEZ  
OLIVARES (FIRMA)

Firmado digitalmente por ARIANA  
ORDOÑEZ OLIVARES (FIRMA)  
Fecha: 2022.04.22 10:12:40 -06'00'