



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS
FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION
JUDICIAL (OIJ)

PODER JUDICIAL, COSTA RICA

**IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA
PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATO-
GRAFÍA DE CAPA FINA**

**PROCEDIMIENTO DE
OPERACIÓN NORMADO
ESPECIFICO**

CÓDIGO

P-DCF-ECT-FIS-35

VERSION: 06

Rige desde: 23/02/2024

PAGINA: 1 de 17

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

CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
01	2015/10/01	15/05/2017	Versión inicial del procedimiento.	-	KSC
02	15/05/2017	16/12/2020	Cambio general al formato vigente.	10-17	KSC
03	16/12/2020	21/05/2021	Actualización de materiales y reactivos; se eliminan los reactivos utilizados en la determinación de difenilamina. Se revisa y actualiza la redacción general, incluyendo los aspectos operativos vigentes y se elimina el procedimiento, la determinación de difenilamina por cromatografía de capa fina.	025-20	KSC



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS
FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION
JUDICIAL (OIJ)

PODER JUDICIAL, COSTA RICA

**IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA
PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATO-
GRAFÍA DE CAPA FINA**

**PROCEDIMIENTO DE
OPERACIÓN NORMADO
ESPECIFICO**

CÓDIGO

P-DCF-ECT-FIS-35

VERSION: 06

Rige desde: 23/02/2024

PAGINA: 2 de **17**

04	21/05/2021	04/08/2021	Se revisa y actualiza la redacción general incluyendo condiciones ambientales. Se incluye en el procedimiento el Formulario "Análisis de Residuos de disparo en ropas y superficies varias".	014-21	KSC
05	04/08/2021	23/02/2024	Se modifica el apartado 5.1 para indicar cuáles reactivos son considerados críticos y el punto del procedimiento donde se indica cómo se verifican. Se incluye el punto relacionado con el archivo de los registros digitales.	024-21	KSC
06	23/02/2024		Se modifica el apartado 4.2 de materiales, para incluir soplete de gas y encendedor, además la redacción del Anexo 04 "Preparación de capilares".	002-24	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 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

1 Objetivo:

El objetivo de este PON es establecer la metodología utilizada para la detección de ésteres nitrados para la identificación de pólvora libre de humos mediante la técnica de cromatografía de capa fina.

2 Alcance:

Este PON permite identificar por medio de cromatografía de capa fina, material propelente en forma de ésteres nitrados, en partículas de pólvora libre de humos sin deflagrar o parcialmente deflagradas, presentes en detritos recolectados de diferentes superficies, utilizando sistemas de disolventes definidos para los analitos, en la etapa de desarrollo y empleando agentes cromogénicos específicos en la etapa de visualización (reactivo de Griess para los ésteres nitrados).

La metodología se encuentra validada según informes de validación 009-FIS-VAL-(2)-2012 y 019-FIS-VAL-(1)-2017.

3 Referencias:

- 3.1 Explosives Analysis Procedures Outline, Thin Layer Chromatography (TLC) (apartado 4.3), Arizona Department of Public Safety.
- 3.2 Informe de validación 009-FIS-VAL-(2)-2012.
- 3.3 Informe de validación 019-FIS-VAL-(1)-2017.
- 3.4 Peak, S. A. A Thin-Layer Chromatographic Procedure for Confirming the Presence and Identity of Smokeless Powder Flakes, *Journal of Forensic Sciences* 1980, 25,679-681.
- 3.5 Procedimiento para la determinación de residuos de disparo en ropas y superficies varias, versión vigente.
- 3.6 Procedimiento para la caracterización morfológica de pólvora libre de humos mediante microscopía de luz, versión vigente.

4 Equipos y Materiales:

4.1 Equipos

- Balanza granataria con capacidad para medir en el ámbito de 0,1 g a 200,0 g o similar
- Bomba de vacío
- Calentador/agitador magnético
- Cámara fotográfica digital
- Capilla extractora de gases

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 4 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

- Escáner sin contacto Scan Snap SV 600, con software digital o similar
- Computadora equipada con el Sistema digital de PEX y QAR (SIDIPEX)
- Estufa con sistema para regular y medir la temperatura en un rango de 50 °C a 225°C o similar, tolerancia de ± 5 °C, con termómetro calibrado con escala de 0 a 110 C, o similar

4.2 Materiales

- Agitador de vidrio
- Aguja para jeringa
- Beaker ámbito 10 mL a 1000 mL, o similar
- Botellas de vidrio de 1 L y 250 mL, o similar
- Botellas plásticas de 1 L o similar para contener reactivos (transparentes y ámbar)
- Botella plástica con rociador de 1L o similar
- Cámaras de desarrollo para TLC
- Capilares de vidrio (ver Anexo 04)
- Contenedor para desechos punzocortantes
- Contenedor para diatomita
- Cinta adhesiva transparente
- Cronómetro o reloj
- Embudo
- [Encendedor o similar](#)
- Espátulas
- Etiquetas adhesivas
- Frasco rociador para TLC de 125 mL ó 250 mL de capacidad, con su respectivo sistema de nebulización, o similar
- Formulario "Análisis de Residuos de disparo en ropas y superficies varias"
- Formulario "Control Reactivos Críticos"
- [Formulario para reactivos preparados utilizados en pruebas quimiográficas](#)
- Filtros para jeringa con poro de 0,2 micras, o similar
- Guantes descartables
- Jeringas sin aguja de 3 mL, o similar
- Láminas de cartulina o similar
- Lápiz de grafito
- Lentes de seguridad
- Marcador de punta fina
- Papel blanco o papel kraft en pliegos de aproximadamente (90 x 60) cm
- Papel toalla
- Pastilla de agitación
- Pinzas metálicas con puntas planas
- Placas de plástico o aluminio recubiertas con sílica gel: tamaño de poro 60 Å, con grosor de 175-225 micras, con dimensiones de 20 x 20 cm, o similar
- Plantilla para dibujar cromatofolios de 20 cm x 20 cm, cuadriculada con lápiz de grafito
- Probetas volumétricas ámbito de 10 mL a 1000 mL, o similar
- Recipiente o botella de vidrio color ámbar de al menos 200 mL, o similar
- Regla de 20 cm aproximadamente
- [Soplete con cilindro de gas butano o propano de 200 g o similar](#)
- Tijeras
- Tubos capilares para medir puntos de fusión

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 5 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

- Vestimenta de trabajo (gabacha o similar)
- Viales de vidrio de 4 mL nuevos
- Viales de vidrio de 2 mL nuevos

La cristalería y materiales reusables (por ejemplo las pinzas) deben lavarse con anterioridad utilizando agua del grifo y detergente líquido comercial, y un enjuague final con agua desionizada.

5 Reactivos y Materiales de Referencia:

5.1 Reactivos

- Acetato de Etilo, grado cromatográfico o grado HPLC
- Acetona, grado cromatográfico
- Ácido acético glacial, grado reactivo
- Ácido sulfanílico, grado reactivo
- Agua desionizada
- Agua del grifo
- Cloro comercial (hipoclorito de sodio al 3% o al 12%)
- Desinfectante a base de sal de amonio cuaternario Surfianos al 0,25% en volumen (por dilución del producto concentrado) o producto equivalente a la concentración efectiva según ficha técnica respectiva (Ver Anexo 01)
- Desinfectante líquido concentrado a base de sal de amonio cuaternario (Surfianos o equivalente)
- Detergente líquido comercial
- Diatomita
- Disolución Éter de Petroleo/Acetato de Etilo 8:2 (ver Anexo 02)
- Disolución de cloro al 0,6% en volumen (ver Anexo 01)
- Disolución de hidróxido de potasio en etanol al 5% masa en volumen (ver Anexo 02)
- Éter de Petroleo 30°-60°
- Hidróxido de potasio, grado reactivo, reactivo crítico, ver verificación según punto 7.4.1.1 de este procedimiento.
- α -naftilamina, para síntesis
- Reactivo de Griess, disoluciones de Griess A y B (ver Anexo 02), reactivos críticos, ver verificación según punto 7.4.1.1 de este procedimiento.

5.2 Materiales de referencia

- Disolución de pólvora libre de humos en acetona (ver Anexo 03)
- Pólvora libre de humos de base doble extraída de munición marca Federal, calibre .357 Magnum o equivalente en términos de composición química (ver Anexo 03).

6 Condiciones ambientales:

Para la ejecución de este procedimiento no se han identificado técnicamente factores ambientales que puedan influenciar la validez de los resultados, ni se requiere trabajar bajo

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 6 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

condiciones ambientales específicas, por ejemplo de temperatura y humedad, que deban ser monitoreadas o registradas.

7 Procedimiento

Nota 1 : La ejecución de este procedimiento debe realizarse acatando las normas de seguridad señaladas en el punto 11. Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional.

Nota 2: Las indicaciones dadas en este punto corresponden a lineamientos básicos que no tienen como propósito incluir todos aquellos aspectos y observaciones derivadas del proceso de entrenamiento del personal que ejecuta el procedimiento.

7.1 Preparación de cromatofolios

7.1.1 Utilice la plantilla para dibujar cromatofolios y reproduzca en otras láminas de sílica gel. Luego recórtelas dejando cada cromatofolio de tres columnas, cada una de ellas rotulada en la parte superior con las siguientes leyendas: "B" (Blanco) "P" (Control Positivo) "M" (Muestra).

7.2 Preparación de muestras:

7.2.1 Material particulado para búsqueda de ésteres nitrados:

7.2.1.1 Coloque las partículas con características morfológicas compatibles con las de la pólvora libre de humos que fueron recolectadas de ropas, piel o superficies varias, en un vial de vidrio de 2 mL de capacidad, nuevo, utilizando una aguja para jeringa a manera de espátula, como se indicó en el Procedimiento para la caracterización morfológica de pólvora libre de humos mediante microscopía de luz.

7.2.1.2 Disuelva las partículas con dos gotas de acetona grado cromatográfico.

7.2.2 Hisopados o frotis para determinación de ésteres nitrados:

7.2.2.1 Agregue aproximadamente 1 mL de acetona grado cromatográfico en el vial donde vienen los hisopos, tape y agite durante aproximadamente un minuto.

7.2.2.2 Filtre la totalidad de la muestra utilizando una jeringa con filtro de membrana de 0,2 micras, o similar, depositando el líquido en un beaker limpio de 10 mL rotulado con el número de caso y la ubicación del orificio de entrada o zona anatómica. Concentre la muestra dejando evaporar a temperatura ambiente en la capilla de extracción de gases la totalidad de la acetona. Durante ese tiempo tome las previsiones para no desatender las muestras (cierre la capilla con llave o coloque el rótulo de "Indicios en análisis NO TOCAR").

7.2.2.3 Reconstituya el residuo que queda en el beaker con dos gotas de acetona grado cromatográfico justo antes de analizar la muestra como se indica en 7.4 y mueva ligeramente rotando el beaker sobre la mesa.

7.2.2.4 Deseche el vial con los hisopos en el contenedor para material punzocortante.

7.2.2.5 Una vez analizada la muestra en 7.4 proceda a dejar el beaker en remojo con cloro al 0,6% o disolución desinfectante de surfanios al 0,25 % al menos durante 10 minutos, antes de lavarlos como se indica en 4.2.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 7 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

7.3 Preparación de un blanco o control negativo

7.3.1 Tome un vial de vidrio nuevo de 2 mL o 4 mL, con tapa y llénelo con acetona grado cromatográfico.

7.3.2 Rotule el vial indicando el reactivo que contiene.

7.4 Análisis por cromatografía de capa fina

7.4.1 Verificación de la separación cromatográfica y reveladores previo al uso

7.4.1.1 Antes de realizar la separación cromatográfica y revelado de las muestras, realice una corrida siguiendo los pasos que se enlistan en los puntos 7.4.2 y 7.4.3 aplicando el blanco y el control positivo (material de referencia) y omitiendo el sembrado de muestra, para corroborar que la separación cromatográfica y el revelado químico de los nitritos (a partir de los ésteres nitrados) se realizan de forma satisfactoria (ver criterios de aceptación y rechazo).

7.4.2 Siembra de muestras y controles en el cromatofolio

7.4.2.1 Coloque en el cromatofolio, con ayuda de un tubo capilar de vidrio con punta (preparado de acuerdo con el procedimiento descrito en el Anexo 04) una o dos aplicaciones del blanco.

7.4.2.2 Deposite la disolución en el punto señalado como "B" en la Figura 1, presionando suavemente la punta del capilar contra el cromatofolio por uno o dos segundos. Espere que se seque el líquido.

7.4.2.3 Repita los puntos 7.4.2.1 y 7.4.2.2 pero con la disolución de pólvora libre de humos, depositando el volumen en el punto señalado como "P" en la Figura 1.

7.4.2.4 Repita los puntos 7.4.2.1 y 7.4.2.2 pero con la muestra preparada (partículas disueltas o extractos de los hisopados), colocando la totalidad de la disolución en el punto señalado como "M" en la Figura 1.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 8 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

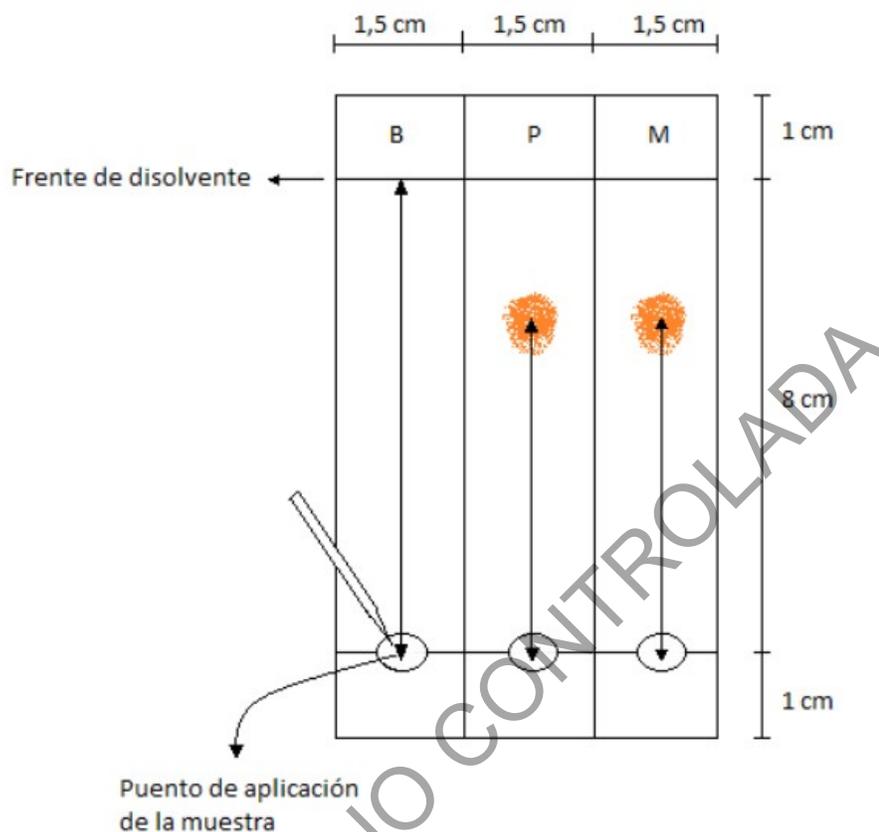


Figura 1. Placa de sílica gel utilizada en cromatografía de capa fina (TLC), con el respectivo cuadrículado realizado con lápiz de grafito sobre la sílica. Se marcan los puntos de siembra de las muestras. (B: blanco, P: control positivo) y M: muestra)

7.4.3 Desarrollo de la cromatografía y etapa de revelado

7.4.3.1 En la capilla de extracción de gases, coloque de 10 mL a 20 mL de disolución de Éter de Petróleo/Acetato de Etilo 8:2 en la cámara de desarrollo, para generar así aproximadamente 0,5 cm de altura del líquido. La cantidad de fase móvil debe ajustarse en función de las dimensiones de la cámara de desarrollo y cantidad de cromatofolios; además, el volumen de fase móvil dentro de la cámara podrá reajustarse cuando se realicen corridas sucesivas, así como el número de cámaras que se utilizarán.

7.4.3.2 Utilizando pinzas, coloque el cromatofolio en la cámara de desarrollo.

7.4.3.3 Deje correr la fase móvil 8 cm (espacio que va desde el punto donde se siembra la muestra hasta la línea donde están los encabezados de cada columna en los cromatofolios). Si se deja correr el disolvente una distancia menor a 8 cm, marque el frente de disolvente en el cromatofolio con un lápiz de grafito.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 9 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

- 7.4.3.4** Saque el cromatofolio de la cámara de desarrollo sosteniéndolo en la parte superior con unas pinzas y colóquelo sobre una superficie de papel limpio (papel toalla, papel bond o similar) y déjelo secar al aire.
- 7.4.3.5** Rocíe el cromatofolio directamente con la disolución de hidróxido de potasio en etanol al 5% masa en volumen sujetándolo por una de sus esquinas y utilizando un frasco rociador para TLC conectado a una bomba de vacío. El aerosol generado debe depositarse sobre el cromatofolio de manera uniforme y con un movimiento ondulatorio del frasco de rociado para evitar que la disolución escurra en un punto determinado del cromatofolio. Este paso debe llevarse a cabo en la capilla extractora de gases forrada con papel kraft o papel blanco y con guantes.
- 7.4.3.6** Coloque el cromatofolio en un trozo de papel toalla u otro soporte adecuado y póngalo dentro de una estufa precalentada a una temperatura entre 80 °C y 100 °C aproximadamente. La temperatura se debe mantener dentro de ese rango por un tiempo de 15 minutos (medidos con cronómetro o reloj), luego de introducido el cromatofolio.
- 7.4.3.7** Una vez transcurrido los 15 minutos, saque el cromatofolio de la estufa y déjelo enfriar al aire sobre un papel toalla u otro soporte adecuado.
- 7.4.3.8** Rocíe el cromatofolio con el reactivo de Griess del mismo modo que en el punto 7.4.3.5 con el hidróxido de potasio. En este caso se obtiene una coloración anaranjada en presencia de nitritos.
- 7.4.3.9** Digitalice los cromatofolios con las manchas generadas a través de un escáner sin contacto o cámara digital (para los cromatofolios no es necesario el uso de testigo métrico).
- Nota 3. El respaldo fotográfico o digital señalado en el punto anterior, sustituye el chequeo independiente.
- 7.4.3.10** Respalde las fotografías digitales en la carpeta digital que mantiene la Sección de Pericias Físicas para este fin.
- 7.4.3.11** Deje secar los cromatofolios al aire sobre un papel de filtro, papel toalla u otro soporte adecuado.
- 7.4.3.12** Marque las manchas en el cromatofolio utilizando un lápiz de grafito para delinearlas y compare visualmente si hay correspondencia posicional entre las manchas del patrón y del analito en las respectivas columnas del cromatofolio, en cuyo caso el resultado es positivo (ver criterios de aceptación y rechazo).
- 7.4.3.13** Registre los resultados (positivo/negativo) para cada muestra en el Formulario "Análisis de Residuos de disparo en ropas y superficies varias", utilizando el SIDIPEX y documente los reactivos críticos utilizados.
- 7.4.3.14** Coloque el cromatofolio en una cartulina y fórrelo con cinta adhesiva transparente, junto con los cromatofolios de ese mismo caso, rotulando la cartulina con la fecha, número de caso y persona encargada de realizar el análisis. Adjunte este documento a los documentos físicos del caso.
- 7.4.3.15** En caso de obtener un resultado positivo solo en la base (aparente pólvora de base simple) y se cuente con más partículas de pólvora valore en conjunto con el perito

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 10 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

responsable del caso analizar otra partícula o la aplicación de espectrometría infrarroja con ATR para una partícula adicional.

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

No.	Criterio de Aceptación	Valor límite	Corrección aplicable
1	Análisis de blanco debe dar resultado negativo	No debe generarse error tipo I (α o falso positivo)	Revise estado de los disolventes (posibilidad de contaminación). Repetir el análisis cuando sea factible
2	Análisis de material de referencia de pólvora debe dar resultado positivo	-No debe generarse un error tipo II (β o falso negativo) -Las manchas en los cromatofolios deben aparecer como manchas densas y circulares, es decir, no deberían aparecer manchas difusas o elongadas.	<ul style="list-style-type: none"> En caso de no obtener manchas o que éstas no sean bien definidas al realizar el revelado de la placa cromatográfica, revise el estado de la fase móvil, del material de referencia y de los reveladores. Repita el análisis cuando sea factible
3	Correlación entre la posición de las manchas asociadas con la nitroglicerina en la muestra y el control positivo	Las manchas deben tener correspondencia posicional entre sí (estar ubicadas a la misma altura).	<ul style="list-style-type: none"> Verifique reactivos Repita el análisis Realice análisis de causas en caso de persistir la no correlación (consultar al perito encargado del caso y al líder técnico)

9 Cálculo y Evaluación de Incertidumbre:

La ejecución de este procedimiento no requiere cálculos ni evaluación de la incertidumbre.

10 Reporte y Análisis de Resultados:

10.1 Se obtienen resultados positivos si las manchas obtenidas para la muestra y el control positivo de pólvora tienen características físicas similares y están ubicadas a la misma altura.

10.2 El análisis es negativo si en la etapa de revelado la muestra no produce mancha alguna.

Nota 4. Los resultados de estas pruebas constituyen un elemento de juicio en la identificación de gránulos de pólvora libre de humos en los peritajes de análisis de residuos de disparo en ropas y otras superficies (ver Procedimiento para la determinación de residuos de disparo en ropas y superficies varias), los cuales valorados en conjunto con los resultados de otras pruebas ortogonales, como la inspección microscópica y los análisis por micro FT-IR, permiten realizar una identificación definitiva de las partículas de pólvora. Es a partir de la información derivada de dichas pruebas (al menos dos de ellas) y de la identificación categórica de las partículas,

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 11 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

que se pueden realizar inferencias criminalísticas sobre distancias de disparo o la vinculación con un arma de fuego.

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

- 11.1** Para la ejecución de este procedimiento utilice guantes, lentes de seguridad y gabacha.
- 11.2** Utilice siempre la capilla extractora de gases cuando trabaje con los reactivos de las fases móviles y realice el revelado con el reactivo de Griess. Prevenga que los reactivos aplicados mediante rociado impregnen la superficie de la capilla, mediante el uso de bandejas plásticas (a modo de pantallas y medio para recolección de líquidos que escurren) para prevenir fenómenos de corrosión (por ejemplo, por el uso de hidróxido de potasio en etanol).
- 11.3** En el caso de los frotis recolectados en sala de autopsias considere que se trata de muestras potencialmente bioinfecciosas.
- 11.4** Deseche todos los residuos de vidrio (viales y capilares) y los aplicadores de los frotis en los contenedores utilizados para material punzocortante.
- 11.5** Deseche los restos de las fases móviles y reveladores en el recipiente que contiene diatomita.

12 Simbología:

Å:	Ángstrom
cm:	Centímetros
DCF:	Departamento de Ciencias Forenses
FT-IR:	Espectrofotometría infrarroja con transformada de Fourier
g:	Gramos
L:	Litros
mL:	Mililitros
N/A:	No aplica
PEX:	Pólvora y Explosivos
PON:	Procedimiento de Operación Normado
QAR:	Análisis Químicos de residuos
SCD:	Solicitud de cambio documental
SGC:	Sistema de Gestión de la Calidad
SIDIPEX:	Sistema digital de PEX y QAR
UGC:	Unidad de Gestión de Calidad
TLC:	Cromatografía de capa fina
%	Porcentaje
°C:	Grados Celsius

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 12 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

13 Terminología:

Cromatofolio: En cromatografía de capa fina, capa delgada de adsorbente finamente dividido sostenida por una placa de vidrio, aluminio o una tira de plástico. Los adsorbentes que se emplean con mayor frecuencia son alúmina, gel de sílice y celulosa en polvo.

Deflagrar: Arder una sustancia súbitamente con llama y sin explosión.

Disolución de desarrollo: Disolvente o mezcla de disolventes que ascienden por el cromatofolio por efecto de capilaridad provocando la separación de los compuestos en una mezcla.

Disolución reveladora: Disolución que contiene un reactivo que al reaccionar con el analito en el cromatofolio produce la generación de un producto coloreado (una mancha).

Frente de disolvente: En cromatografía de papel o de capa fina, es la distancia límite a la que el disolvente progresa a lo largo de la superficie donde se produce la separación de la mezcla.

Pólvora libre de humos: Mezcla explosiva utilizada comúnmente como propelente en la fabricación de cartuchos para armas de fuego. Dependiendo de su composición se clasifica como pólvora de base simple (nitrocelulosa + estabilizantes + otros aditivos), de base doble (nitrocelulosa + nitroglicerina + estabilizantes + otros aditivos), o de base triple (nitrocelulosa + nitroglicerina + nitroguanidina + estabilizantes + otros aditivos)

14. ANEXOS:

No. de Anexo	Nombre del Anexo
01	Preparación de disoluciones de desinfección
02	Preparación de reactivos
03	Preparación de material de referencia
04	Preparación de capilares de vidrio

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 13 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

Anexo Número 01.

Preparación de disoluciones de desinfección

1. Disolución de cloro al 0,6%

a. Verifique en la etiqueta de la disolución de cloro concentrada que se adquiere comercialmente la concentración de ésta.

b. Determine el volumen que necesita de la disolución de cloro concentrada para preparar el volumen requerido de la disolución de cloro al 0,6%, utilizando la siguiente formula: $(Cd) \times (Vd) = (Cc) \times (V)$ despejando se obtiene: $(V) = (Cd) \times (Vd) / (Cc)$ donde:

(Cd): Concentración deseada, 0,6%.

(Vd): Volumen requerido de la disolución de la concentración deseada a preparar.

(Cc): Concentración conocida de la disolución de cloro concentrada que se adquiere comercialmente

(V)= Volumen en mililitros de la disolución de cloro concentrada que se adquiere comercialmente de concentración conocida.

c. Utilizando una probeta adecuada al volumen a medir, adicione el volumen de la disolución de cloro concentrada adquirida comercialmente(V) al recipiente plástico que va a contener la disolución de cloro al 0,6%, mismo que debe ser de color café o negro, opaco.

d. Utilizando una probeta adecuada al volumen a medir, adicione el volumen de agua del grifo necesaria para completar el volumen de la disolución de cloro al 0,6% deseado.

e. Tape el recipiente y agite suavemente por inversión manual. Identifique el recipiente que va a contener la disolución preparada como "Disolución de cloro al 0,6%" y rotule con la etiqueta departamental para reactivos preparados llenando todos los campos requeridos.

f. Almacene a temperatura ambiente. Esta disolución es estable al menos por 1 mes.

2. Disolución de surfanios al 0,25%

a. Mida 1,25 mL de Surfanios concentrado (medido con una jeringa de 3 mL o alrededor de 25 gotas) y colóquelos en una botella plástica de 500 mL con atomizador.

b. Diluya a 500 mL con agua de grifo.

c. Prepare semanalmente.

d. Rotule con la etiqueta departamental para reactivos preparados llenando todos los campos requeridos.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 14 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

Anexo Número 02.

Preparación de reactivos

1. Disolución de hidróxido de potasio al 5% en etanol

- a. Pese 50 g de hidróxido de potasio en la balanza granataria y posteriormente coloque la masa medida en un beaker de al menos 1 L.
- b. Mida 1000 mL de etanol utilizando una probeta, y adicione este volumen en el beaker del punto anterior, disuelva el hidróxido de potasio pesado anteriormente utilizando agitación magnética.
- c. Guarde la disolución en una botella plástica y rotule con la etiqueta departamental para reactivos preparados llenando todos los campos requeridos.
- d. Complete el Formulario para reactivos preparados y guárdelo en la carpeta de calidad que la Sección designe para este fin, en la unidad de red correspondiente.

No prepare una cantidad mayor a la aquí indicada, tal que con el uso rutinario, el reactivo se consume como máximo un mes después de su preparación

2. Reactivo de Griess:

El reactivo de Griess es inestable por lo que debe prepararse de la siguiente manera, justo antes de llevarse a cabo el análisis: mezcle en el frasco del rociador que va a utilizar, volúmenes iguales de las disoluciones A y B filtradas y agite.

Disolución A (Prepare en capilla extractora de gases)

- a. Pese 2 g de ácido sulfanílico en balanza granataria y posteriormente coloque la masa medida en un beaker de 1 L o similar.
- b. Mida 200 mL de ácido acético glacial utilizando una probeta y adicione este volumen en el beaker del punto anterior, disuelva el ácido sulfanílico pesado anteriormente utilizando agitación magnética.
- c. Mida 400 mL de agua desionizada en una probeta y adicione lentamente al beaker del punto anterior, puede utilizar el agitador magnético.
- d. Almacene la disolución en una botella de vidrio limpia (lavada previamente con agua de grifo y jabón y enjuagada tres veces con agua desionizada) y rotule con la etiqueta departamental para reactivos preparados llenando todos los campos requeridos.
- e. Complete el Formulario para reactivos preparados y guárdelo en la carpeta de calidad que la Sección designe para este fin, en la unidad de red correspondiente.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 15 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

Disolución B (Prepare en capilla extractora de gases):

- a. Mida 500 mL de agua desionizada en una probeta, coloque el volumen medido en un beaker de 1 L o similar y caliente casi a ebullición, utilizando un agitador- calentador magnético.
- b. Pese 0,5 g de α - naftilamina en balanza granataria y disuelva esta masa en el agua caliente del punto anterior, con agitación constante.
- c. Mida 150 mL de ácido acético glacial en una probeta y adicione lentamente.
- d. Almacene en recipiente de vidrio color ámbar limpio (lavado previamente con agua de grifo y jabón y enjuagada tres veces con agua desionizada) y rotule con la etiqueta departamental para reactivos preparados llenando todos los campos requeridos.
- e. Complete el Formulario para reactivos preparados y guárdelo en la carpeta de calidad que la Sección designe para este fin, en la unidad de red correspondiente.

Los anteriores procedimientos corresponden a reactivos de uso rutinario por lo que deben prepararse en cantidades no superiores a un litro, de modo que se asegure que no sobrepase un mes de almacenamiento.

3. Preparación de fase móvil de Éter de Petróleo-Acetato de Etilo 8:2

- a) Mida 16 mL de éter de petróleo y 4 mL de acetato de etilo y mezcle en la cámara de desarrollo para TLC.
- b) Tome en consideración las dimensiones de dicha cámara partiendo de la relación 8:2 Éter de Petróleo-Acetato de Etilo y de que la cámara de mayor volumen consume 20 mL de fase móvil para generar 0,5 cm de altura; mientras que la de menor tamaño consume 10 mL.
- c) Considere volúmenes aditivos bajo la misma relación según la cantidad de cromatofolios en caso de que se requiera.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 16 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

Anexo Número 03.

Preparación de material de referencia

Disolución de pólvora libre de humos de base doble

- a. Tome un vial de vidrio de 4 mL, limpio, con tapa y agréguele una punta de espátula de pólvora libre de humos de base doble, marca Federal, calibre .357 Magnum, o similar, tal que se cubra el fondo del vial.
- b. Disuelva las partículas con acetona grado cromatográfico en volumen casi hasta el tope del vial.
- c. Tape el vial y agite manualmente hasta lograr su completa disolución.
- d. Rotule el vial indicando el reactivo que contiene. También anote en la etiqueta la marca y el calibre de la munición de donde se obtuvo la pólvora libre de humos, además del consecutivo que le asigne el encargado de materiales de referencia a lo interno de la Unidad.
- e. Aplique este PON para caracterizar el material de referencia.
- f. Complete el Formulario Control de Reactivos Críticos y guárdelo en la carpeta de calidad que la Sección designe para este fin, en la unidad de red correspondiente. Adjunte al formulario los resultados de las pruebas realizadas para la caracterización del material.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 17 de 17
IDENTIFICACIÓN DE COMPONENTES DE LA PÓLVORA LIBRE DE HUMOS POR CROMATOGRFÍA DE CAPA FINA	CÓDIGO P-DCF-ECT-FIS-35	

Anexo Número 04.

Preparación de capilares

- a. Encienda con un encendedor o similar un soplete con cilindro de gas butano o propano, para generar una llama de color azul.
- b. Sostenga con ayuda de las dos manos, los extremos de un tubo para medir punto de fusión.
- c. Coloque el centro del tubo en la parte superior de la llama y hale los extremos con fuerza para obtener dos capilares con punta.
- d. Utilizando una pinza rompa el centro que une los dos capilares.
- e. Presione la punta sobre un papel toalla limpio hasta quebrar el extremo del capilar y obtener un pequeño orificio.

COPIA NO CONTROLADA