Elaborado o modificado por:	**Revisado por Líder Técnico:**
M Sc. Manuel Oreamuno Zepeda **Perito Judicial 2** **Dipl. Susana Alfaro Soto** **Técnica Especializada 6**	**M Sc. Jorge Cartín Elizondo** **Líder Técnico,** **Unidad Sustancias Tóxicas y Varias** **Sección de Sustancias Controladas**
Visto Bueno Encargado de Calidad:	**Aprobado por:**
Lic. Ronald Castro Esquivel **Encargado de Calidad,** **Sección de Sustancias Controladas**	**Licda. Patricia Fallas Meléndez** **Jefatura, Sección de Sustancias Controladas**

COPIA NO CONTROLADA

CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
01	01/03/2011	15/01/2018	Versión Inicial del Procedimiento		PFM
02	15/01/2018	07/07/2021	Se actualiza formato, se incluye modificaciones por validación de la metodología, se modifica pruebas a la gota para nitrato e hipoclorito y se incluye confirmación IR por sal de amonio y sulfatos de sodio y potasio.	01-18	PFM
03	07/07/2021	13/09/2024	Revisión trianual Cambio de nombre Cambio de prosa a diagramas Referencias al PON de Manejos de Casos de QTV	12-21	PFM
04	13/09/2024		Revisión trianual / Recomendaciones de Auditoría Interna en Sección de Materiales y Reactivos.	05-24	PFM

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

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

COPIA NO CONTROLADA

1 Objetivo:

Determinación cualitativa de sustancias ácidas y alcalinas en muestras como productos comerciales, cotonetes y materiales textiles impregnados.

2 Alcance:

Este procedimiento describe la metodología a seguir para la caracterización química de: ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido nítrico, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio e hipoclorito de sodio en muestras como productos comerciales, cotonetes y materiales textiles impregnados.

3 Referencias:

- Informe de validación sustancias cáusticas y corrosivas, 006-VAL-QUI-(2)-2017.

4 Equipos y Materiales:

- Balanza granataria (rango de 0,01 g a 500 g; menor división 0,01 g) o similar
- Centrífuga para tubos de ensayo
- Cotonetes de algodón
- Espátulas reutilizables
- Espectrómetro FTIR-ATR que permita leer entre 4000 cm^{-1} y 525 cm^{-1} o similar
- pHmetro
- Filtro de vidrio de cobalto
- Guantes reusables de nitrilo, solvex 37-175 o similar
- Haza de nicromio, reutilizable
- Mechero bunsen o similar
- Papel o cinta de pH de amplio ámbito 0 – 13, cada 1 unidad de pH
- Pipetas Pasteur o similar
- Puntas de micropipeta diferentes tamaños
- Micropipetas automáticas de diferentes tamaños o similar
- Tubos de extracción de polipropileno, cónicos de 50 ml con tapa rosca o similar
- Tubos de ensayo de vidrio de 10 ml o similar reutilizables
- Vasos de precipitados de diferentes tamaños reutilizables

La cristalería u otros materiales reutilizables deben de ser lavados como se indica en el apartado 7.1.2 del Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas versión vigente.

El haza de nicromio es reutilizable pero no se limpia como se indica en el Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas versión vigente sino con HCl conc y en la llama azul del mechero hasta no obtener coloración.

5 Reactivos y Materiales de Referencia:

- Acetona, grado reactivo
- Ácido sulfúrico concentrado, grado reactivo
- Ácido clorhídrico concentrado, grado reactivo

COPIA NO CONTROLADA

- Ácido nítrico concentrado, grado reactivo
- Agua destilada o similar
- Cloruro de amonio, grado reactivo
- Cloruro de bario, grado reactivo
- Difenilamina, grado reactivo
- Disolución de ácido clorhídrico 3 m (ver preparación en anexo 01)
- Disolución de ácido nítrico 3 m (ver preparación en anexo 01)
- Disolución de ácido nítrico 5 g/100ml (ver preparación en Anexo 01)
- Disolución de ácido sulfúrico 3 M (ver preparación en Anexo 01)
- Disolución de cloruro de bario 5 g/100ml (ver preparación en Anexo 01)
- Disolución de difenilamina 0,5 g/100ml de ácido sulfúrico concentrado (ver preparación en Anexo 01)
- Disolución de hidróxido de potasio 3 M (ver preparación en Anexo 01)
- Disolución de hidróxido de sodio 3 M (ver preparación en Anexo 01)
- Disolución de nitrato de plata 0,1 M (ver preparación en Anexo 01)
- Disolución de sulfato de hierro (II) heptahidratado 5,0 g/100ml (ver preparación en Anexo 01)
- Éter de petróleo, grado reactivo
- Hidróxido de amonio concentrado, grado reactivo
- Hidróxido de potasio, grado reactivo
- Hidróxido de sodio, grado reactivo
- Hipoclorito de sodio (cloro uso doméstico)
- Nitrato de plata, grado reactivo
- Sulfato de amonio, grado reactivo
- Sulfato de bario, grado reactivo
- Sulfato de hierro (II) heptahidratado, grado reactivo
- Sulfato de potasio, grado reactivo
- Sulfato de sodio, grado reactivo

Los reactivos críticos se encuentran clasificados en el Listado de Reactivos de la Sección de Sustancias Controladas y los materiales de referencia utilizados en el este procedimiento deben ser verificados y gestionados como se indica en los apartados 7.3 y 7.4 del Procedimiento de Gestión de Casos de la Sección de Sustancias Controladas vigente.

COPIA NO CONTROLADA

6 Condiciones Ambientales:

Las condiciones ambientales de humedad y temperatura se establecen en el Procedimiento de Gestión de casos de la Sección de Sustancias Controladas, vigente, apartado “6. Condiciones ambientales”

7 Procedimiento:

7.1 Controles y materiales de referencia mínimos:

7.1.1 Realice para cada una de las pruebas a la gota, la corrida simultánea de al menos un blanco de reactivos y un control positivo del ácido o la base 3 M, o el cloro doméstico. Registre los resultados obtenidos de los controles positivos y negativos.

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

7.2 Preparación inicial:

7.2.1 Para muestras sólidas: disuelva una porción de la muestra en agua destilada para obtener una concentración aproximada de 10 g/100 mL.

7.2.2 Muestras líquidas: no requieren preparación. Verifique su miscibilidad en agua agregando una gota de agua a una porción pequeña del líquido cuestionado. Si el líquido no es miscible en agua, no continúe con el procedimiento.

7.2.3 Para sustratos sólidos (materiales textiles o cotonetes): tome un trozo de la tela no menor de 3 cm x 3 cm o la cabeza de algodón del cotonete y extraiga con al menos 3 mL de agua destilada.

Nota N° 1: Es importante describir el daño observado en los materiales textiles como carbonización, disolución, torsión, decoloración, para una caracterización preliminar del tipo de sustancia ácida o básica en el tipo de material textil. Por ejemplo, el ácido sulfúrico carboniza el algodón y disuelve el nailon.

7.2.4 Para soportes no trozables: frote un cotonete de algodón humedecido con agua destilada y coloque en un tubo de ensayo con al menos 3 mL de agua destilada.

7.3 Caracterización de sustancias por medición de pH:

7.3.1 Mida el pH de la disolución acuosa de la muestra cuestionada con cinta de pH o con el pHmetro. Si no dispone de mucho líquido, tome una porción y diluya a volumen suficiente para la prueba, reservando la disolución concentrada para las siguientes pruebas.

Nota N° 2: Al utilizar el pHmetro y tratarse de sustancias corrosivas altamente ácidas (pH < 4) o básicas (pH > 10), se debe realizar rápidamente la medición de pH, retirar el electrodo de la disolución y lavar con suficiente agua destilada.

Nota N° 3:: **PRECAUCIÓN!!**: las disoluciones acuosas de cianuro de potasio y de cianuro de sodio, son fuertemente alcalinas, por ejemplo, una disolución 0,1 M de cianuro de sodio tiene un pH de 11. Estas disoluciones deben manejarse con precaución y **NO ACIDIFICARSE EN NINGUNA CIRCUNSTANCIA**. Si sospecha de la presencia de un cianuro no continúe con este procedimiento.

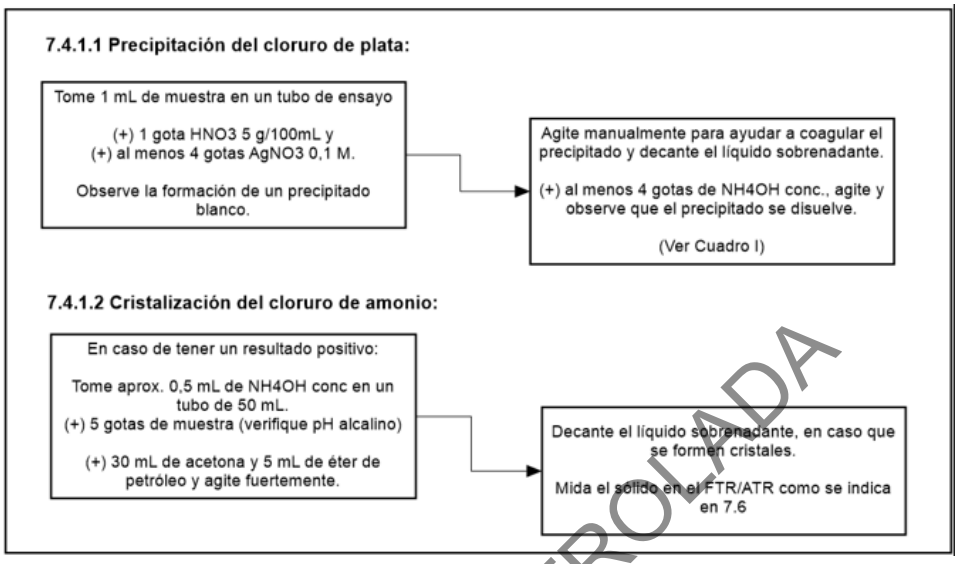
7.3.2 Clasifique la disolución de acuerdo con su pH:

- Si el pH es menor a 4, como ácida y continúe en **7.4**.
- Si el pH es mayor a 10, como alcalina y continúe en **7.5.**
- Si el pH se encuentra entre 4 y 10, no continúe con este procedimiento. Reporte como negativo por sustancias ácidas y alcalinas fuertes.

COPIA NO CONTROLADA

7.4 Pruebas para la identificación de muestras que se clasifican como ácidas:

7.4.1 Pruebas por cloruros:



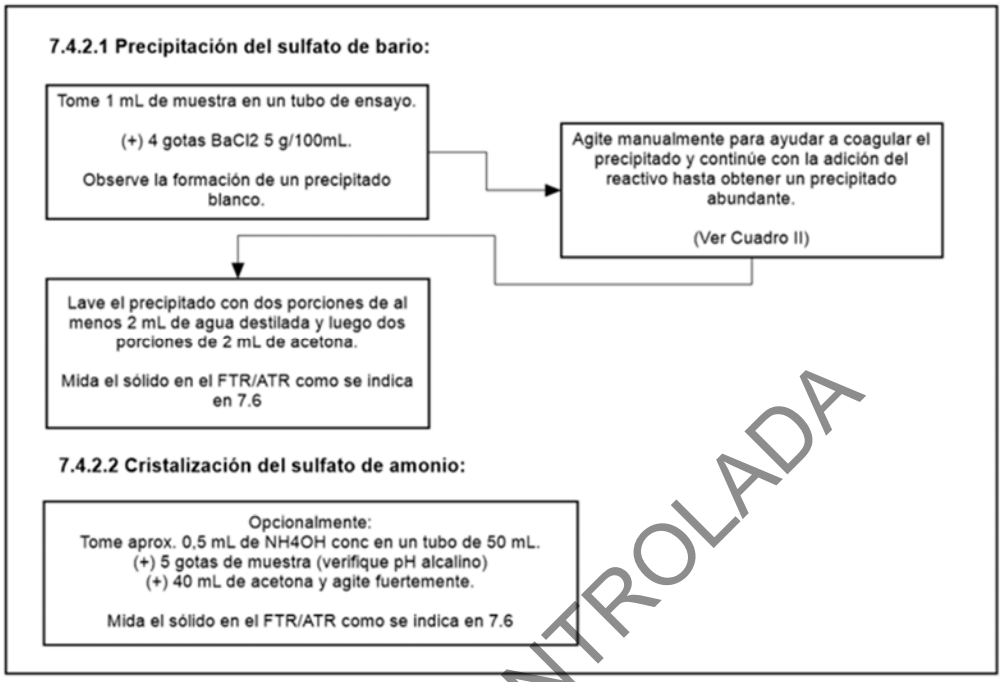
Cuadro I: Resultados esperados de la prueba de cloruros:

Ácido	Resultado por adición de nitrato de plata	Resultado por adición de hidróxido de amonio concentrado
HCl	Precipitado blanco	El precipitado se disuelve
H_2SO_4, HNO_3, H_3PO_4, HOAc	No forman un precipitado	N/A
HI	Precipitado amarillo	El precipitado amarillo se torna blanco crema y no se disuelve
HBr	Precipitado amarillo pálido	El precipitado amarillo pálido se disuelve
H_3PO_2	Precipitado negro	El precipitado negro se mantiene sin cambios.

Nota N° 4: La prueba de confirmación del anión cloruro por la formación de la sal de amonio, no es tan sensible como la prueba de precipitación del cloruro de plata, por lo que es posible tener la prueba a la gota positiva y que de la muestra no cristalice el cloruro de amonio.

COPIA NO CONTROLADA

7.4.2 Pruebas por sulfatos:



Cuadro II: Resultados esperados de la prueba de cloruro de bario para sulfatos:

Ácido	Resultado
H_2SO_4	Precipitado blanco
HCl, HNO_3, H_3PO_4, HOAc, HI, HBr, H_3PO_2	No forman un precipitado

Nota N° 5: La prueba de confirmación del anión sulfato por la formación de la sal de amonio, no es tan sensible como la prueba de precipitación del sulfato de bario, por lo que es posible tener la prueba a la gota positiva con cantidad suficiente para obtener un infrarrojo y que de la muestra no cristalice el sulfato de amonio.

COPIA NO CONTROLADA

7.4.3 Pruebas por nitratos:

7.4.3.1 Prueba de oxidación de la difenilamina:

Tome 1 mL de difenilamina 5 g/100mL en ácido sulfúrico en un tubo de ensayo.

(+) al menos 4 gotas de muestra. No agite

Observe la formación de una coloración azul profundo en la interfase.

(Ver Cuadro III)

7.4.3.1 Prueba del anillo marrón:

Tome 1.5mL de FeSO4 5 g/100mL en otro tubo de ensayo.

(+) aprox. 0.5 mL de muestra. No agite

Incline el tubo y agregue despacio por las paredes, gota a gota aprox. 0.5 ML de H2SO4 conc. No agite.

Observe la formación de un anillo marrón en la interfase

(Ver Cuadro IV)

Cuadro III: Resultados esperados de la prueba de difenilamina para nitratos:

Ácido	Resultado
HNO_3, HNO_2	Formación de una coloración azul profundo
H_2SO_4, HCl, H_3PO_4, HOAc	No forman coloración

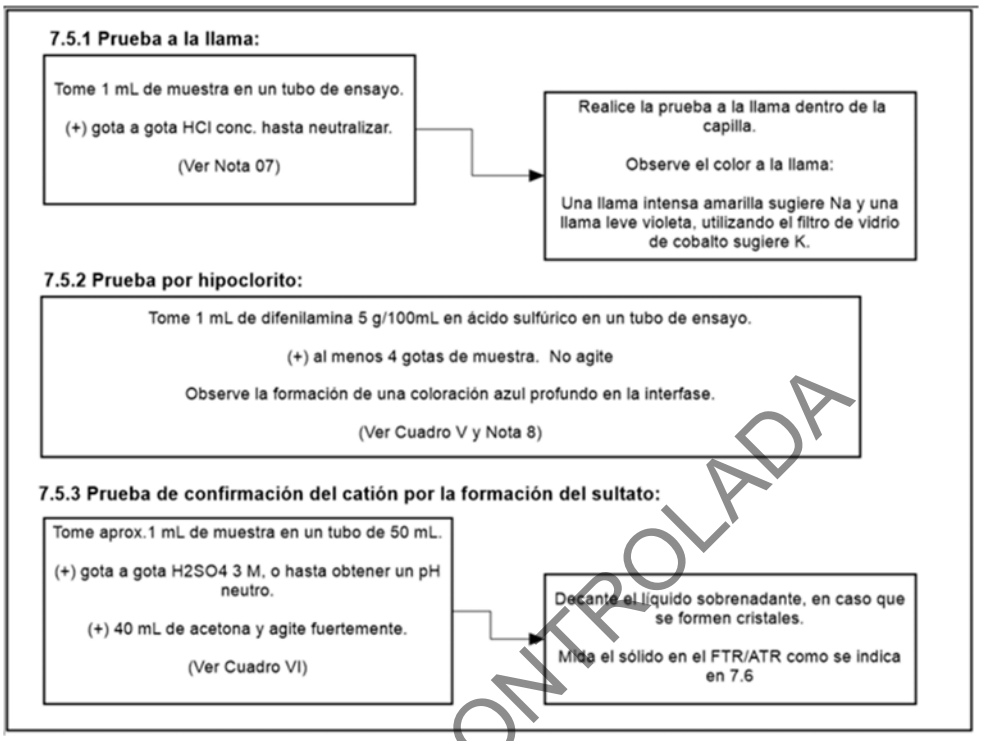
Cuadro IV: Resultados esperados de la prueba del anillo marrón para nitratos:

Ácido	Resultado
HNO_3, HNO_2	Formación de un anillo marrón.
H_2SO_4, HCl, H_3PO_4, HOAc	No forman coloración

Nota N° 6: La prueba de formación del nitrato de amonio para confirmar el ion nitrato, no presentó resultados consistentes durante la validación. La falta de otra prueba solo permite indicar en el dictamen la detección del ácido nítrico o nitroso.

COPIA NO CONTROLADA

7.5 Pruebas para la identificación de muestras que se clasifican como alcalinas:



Nota N° 7*:* ¡¡CUIDADO!! La reacción de neutralización es tremendamente exotérmica y explosiva. Realice con cuidado y dentro de la capilla.

Cuadro V: Resultados esperados de la prueba de difenilamina para hipoclorito:

Base	Resultado
NaClO	Formación de una coloración azul profundo
NaOH, KOH, NH_4OH	No forma coloración

Nota N° 8: la prueba no es específica para hipoclorito pues varias sustancias oxidantes dan la prueba positiva, como por ejemplo peróxidos, cloratos.

Cuadro VI: Resultados esperados de la prueba por cristalización del sulfato:

Base	Resultado
NaOH, KOH, NaClO	Se observa la formación de cristales de la sal de sulfato correspondiente (sulfato de sodio o de potasio)

COPIA NO CONTROLADA

7.6 Determinación por ATR-FTIR:

7.6.1 Mida el sólido de la muestra cuestionada y del material de referencia en el ATR-FTIR como se indica en el PON de Gestión de casos de la Sección de Sustancias Controladas versión vigente apartado 7.10.

Nota N° 9:: Si no se dispone de un material de referencia de la sal, se puede preparar en el laboratorio a partir de la disolución de ácido o base 3 M. Debe consignarse en el formulario de análisis si el material de referencia es preparado en el laboratorio.

7.6.2 Obtenga para cada espectro, con el software del equipo, el valor de número de onda para las bandas de absorción más cercanas a los valores, según se indica en el siguiente cuadro:

Cuadro VI: Bandas de absorción para cada sal:

Sal a confirmar	Bandas de absorción / cm^{-1}
cloruro de amonio	2802, 1442, 1386
sulfato de bario	982, 631, 600
sulfato de amonio	1400, 974, 608
sulfato de sodio	635, 610
sulfato de potasio	983, 612

7.7 Análisis y registro de resultados:

7.7.1 Analice los resultados obtenidos de todas las pruebas realizadas con los criterios de aceptación y rechazo que se establecen en el apartado 8.

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

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

Ver los criterios de aceptación o rechazo de resultados en el PON de Gestión de casos de la Sección de Sustancias Controladas versión vigente apartado 8.

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

Este procedimiento no involucra cálculos ni evaluación de incertidumbre.

10 Reporte de Análisis y Resultados:

Las redacciones de los resultados están establecidas en el grupo de análisis del SADCF.

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

Realice todas las pruebas a la gota dentro de la capilla.

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

COPIA NO CONTROLADA

12 Simbología:

(+): agregue
aprox.: aproximadamente
ATR-FTIR: espectrometría infrarroja con accesorio de reflectancia total atenuada
M: molaridad.
PON: Procedimiento de Operación Normado
SCD: solicitud de cambio documental
SADCF: Sistema Automatizado del Departamento de Ciencias Forenses

13 Terminología:

Este procedimiento no incluye terminología que requiera ser definida en este apartado.

14 Anexos:

No. de Anexo	Nombre del Anexo
01	Preparación de reactivos y materiales de referencia
02	Espectros ATR-FTIR

COPIA NO CONTROLADA

Anexo No. 1

Preparación de reactivos y materiales de referencia

a) **Ácido clorhídrico 3 M:** Mida 9,2 ml de ácido clorhídrico concentrado, diluya sobre 20 ml de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 40 ml

b) **Ácido nítrico 3 M:** Mida 8,6 ml de ácido nítrico concentrado, diluya sobre 20 ml de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 40 ml

c) **Ácido nítrico 5 g/100ml:** Mida 2,0 ml de ácido nítrico concentrado, diluya sobre 20 ml de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 40 ml

d) **Ácido sulfúrico 3 M:** Mida 6,7 ml de ácido sulfúrico concentrado, diluya sobre 20 ml de agua destilada, agite suavemente, permita enfriar hasta temperatura ambiente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 40 ml

e) **Cloruro de bario 5 g/100ml:** Mida 2,0 gramo de cloruro de bario y disuelva con 20 ml de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 40 ml

f) **Difenilamina 0,5 g/100ml de ácido sulfúrico concentrado:** Mida 0,5 g de difenilamina, disuelva en 20 ml de ácido sulfúrico concentrado y agregue ácido sulfúrico concentrado hasta un volumen final de 100 ml

g) **Hidróxido de potasio 3 M:** Mida 6,7 g de hidróxido de potasio y disuelva con 20 ml de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 40 ml

h) **Hidróxido de sodio 3 M:** Mida 4,8 g de hidróxido de potasio y disuelva con 20 ml de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 40 ml

i) **Nitrato de plata 0,1 M:** Mida 0,68 g de nitrato de plata y disuelva en 20 ml de agua destilada, agite suavemente y agregue agua destilada hasta un volumen final de 40 ml

j) **Sulfato de hierro (II) 0,5 g/100mL:** Mida 0,5 g de sulfato de hierro (II) heptahidratado, disuelva en 20 mL de agua destilada y agregue agua destilada hasta un volumen final de 100 mL

COPIA NO CONTROLADA

Anexo No. 2

Espectros FTIR-ATR

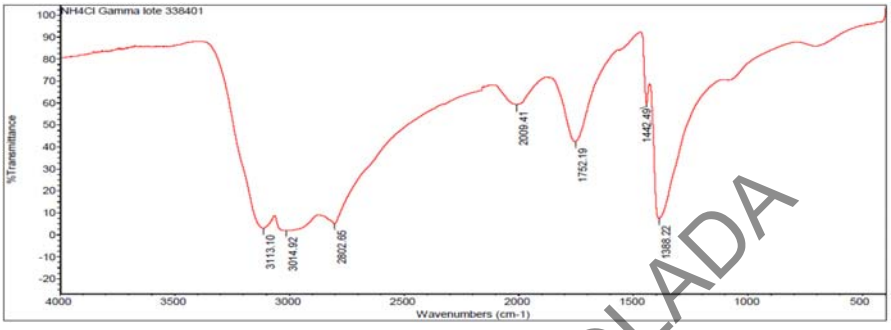


Figura N°01: Ejemplo del espectro FTIR-ATR del cloruro de amonio

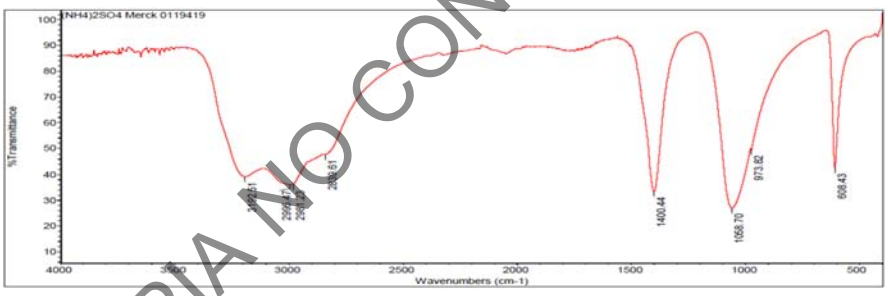


Figura N°02: Ejemplo del espectro FTIR-ATR del sulfato de amonio

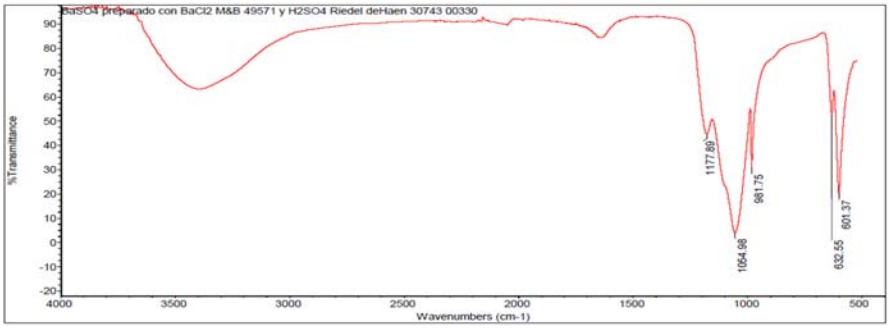


Figura N°03: Ejemplo del espectro FTIR-ATR del sulfato de bario

COPIA NO CONTROLADA

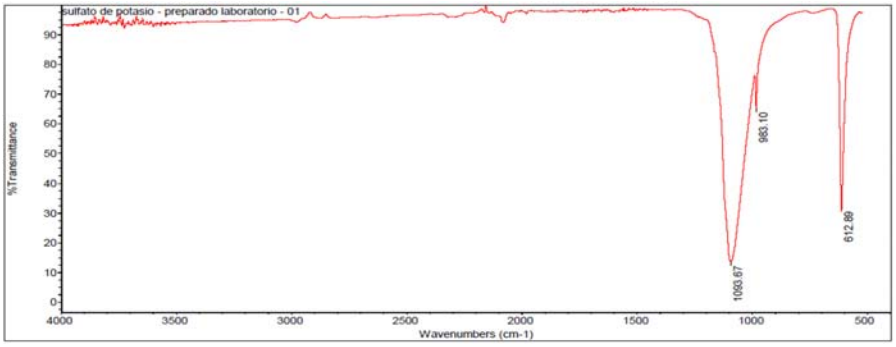


Figura N°04: Ejemplo del espectro FTIR-ATR del sulfato de potasio

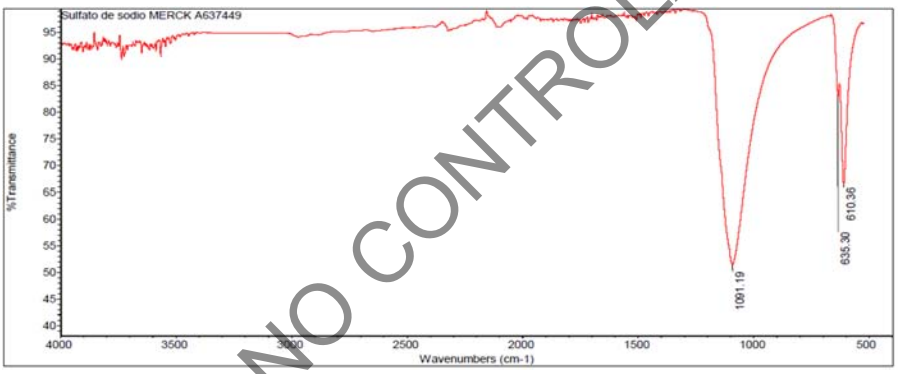


Figura N°05: Ejemplo del espectro FTIR-ATR del sulfato de sodio

COPIA NO CONTROLADA